ZUR DEUTUNG DER BILDSTRUKTUREN IN HOCHAUFGELÖSTEN ELEKTRONENMIKROSKOPISCHEN AUFNAHMEN DÜNNER AMORPHER OBJEKTE

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors

der Naturwissenschaften

der Mathematisch-naturwissenschaftlichen Fakultät

der Eberhard-Karls-Universität

zu Tübingen

vorgelegt von

FRIEDRICH THON

aus Kriebitzsch/Thür.

1968

9632

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547601_0060

ZUR DEUTUNG DER BILDSTRUKTUREN IN HOCHAUFGELÖSTEN ELEKTRONENMIKROSKOPISCHEN AUFNAHMEN DÜNNER AMORPHER OBJEKTE

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors

der Naturwissenschaften

der Mathematisch-naturwissenschaftlichen Fakultät

der Eberhard-Karls-Universität

zu Tübingen

vorgelegt von

FRIEDRICH THON

aus Kriebitzsch/Thür.

1968

Tag der mündlichen Prüfung: 8. Februar 1968

Dekan: Professor Dr. R. Schönenberg

1. Berichterstatter: Professor Dr. F. Lenz

2. Berichterstatter: Professor Dr. G. Möllenstedt

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Druck: H. Franzen, Berlin 39 23 25

Inhaltsübersicht

		Seite
1.	Einleitung	1
2.	Theorie	3
2.1	Defokussierungsabhängigkeit des Phasenkontrastes	4
2.2	Einfluß des axialen Astigmatismus	10
3.	Anfertigung von Fokussierungsreihen unter Hochauflösungsbedingungen	12
3.1	Verwendete Objekte	13
3.2	Mikroskop und Aufnahmebedingungen	14
4.	Auswertungsmethoden	18
4.1	Ausmessen von Bildstrukturen	18
4.2	Diffraktometerauswertung	19
4.2.1	Das Diffraktometer	20
4.2.2	Ermittlung der Raumfrequenzen mit Maximalkontrast	22
4.2.3	Ermittlung der Bandbreiten	23
5.	Vergleich von Experiment und Theorie	25
5.1	Defokussierungsabhängigkeit	25
5.2	Kontrastumkehr	28
5.3	Axialer Astigmatismus	30
5.4	Bestrahlungsapertur	35
5.5	Objektivaperturbegrenzung	36
6.	Folgerungen für die Praxis	38
7.	Zusammenfassung	41
8.	Literaturverzeichnis	44

1. Einleitung

Hochvergrößerte elektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen unter geeigneten Bedingungen typische, körnige Bildstrukturen. Sjöstrand [46] beobachtete 1955, daß sich diese Strukturen mit wachsender Defokussierung vergröbern. Lenz [7,32] deutete 1956 solche Bildstrukturen als reinen Phasenkontrast, der durch Interferenz der an örtlichen Schwankungen des inneren Objektpotentials gebeugten Wellen mit der ungebeugten Primärwelle zustande kommt, und leitete eine Beziehung für die Defokussierungsabhängigkeit her. Eine experimentelle Prüfung stand bisher aus. Der Praktiker war am Phasenkontrast solange wenig interessiert, wie die Auflösungsgrenze der Elektronenmikroskope oberhalb 1 nm lag. In diesem Bereich zeigen die beobachtbaren Objektdetails von vornherein oder nach geeigneter Präparation ausreichenden Streuabsorptionskontrast [3,6], dessen Entstehungsmechanismus einfacher zu übersehen ist, und der vor allem auch experimentell gut zu erfassen ist, da er von kleinen Änderungen der Betriebsparameter des Mikroskops nur wenig beeinflußt wird. Dagegen ließ sich der Phasenkontrast durch fokussierte Abbildung praktisch unterdrücken, sofern der axiale Astigmatismus des Objektivs ausreichend korrigiert war [43].

Inzwischen wurde die Leistungsfähigkeit des Elektronenmikroskops merklich verbessert. Bei der Abbildung amorpher Objekte mit axialer Bestrahlungsrichtung erhält man heute unter günstigen Bedingungen Bildstrukturen, denen Abstände im Objekt bis herab zu 0,3 nm entsprechen ([49,15] und Abb.1). Nach theoretischen Abschätzungen [3,45] ist zu erwarten, daß der Mechanismus

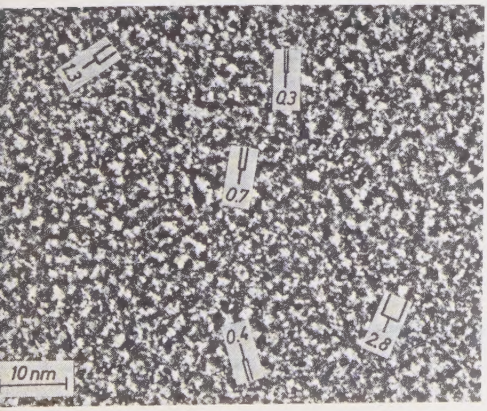


Abb.1 Typische Bildstrukturen bei der defokussierten Abbildung eines dünnen amorphen Objektes unter Hochauflösungsbedingungen. Die objektbezogenen Abstände der Schwärzungsextrema liegen hier zwischen 0,3 und etwa 3 nm. Die Bildstrukturen dieser Aufnahme werden in Abschnitt 4.2.2 analysiert. Objekt: Kohlefolie, 100 nm dick. Aufnahmedaten: Elektronenbeschleunigungsspannung 100 kV; Bestrahlungsapertur $2 \cdot 10^{-4}$; Objektivapertur $1{,}25 \cdot 10^{-2}$.

der Streuabsorption in diesen Dimensionen nicht mehr zu ausreichendem Bildkontrast führt und deshalb dem Phasenkontrast eine entscheidende Bedeutung zukommt. Um aus hochaufgelösten Aufnahmen auf die Objekteigenschaften schließen zu können, ist daher jetzt auch eine genaue Kenntnis der Ursachen und Gesetzmäßigkeiten des Phasenkontrastes bei der elektronenmikroskopischen Abbildung erforderlich.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die Abhängigkeit des Kontrastes in hochaufgelösten Aufnahmen dünner amorpher Objekte von den beeinflussenden Betriebsparametern des Mikroskops zu erfassen und so die Voraussetzungen für eine Deutung der Bildstrukturen zu schaffen +). In einer vorangestellten theoretischen Behandlung wird die von Lenz [7] angegebene Beziehung für die Defokussierungsabhängigkeit des Phasenkontrastes auf den Fall nichtverschwindenden Öffnungsfehlers der Objektivlinse ausgedehnt. Außerdem wird der Einfluß eines axialen Astigmatismus 1.Ordnung, der in der Praxis nicht vernachlässigbar klein gemacht werden kann, betrachtet. Anschließend werden zunächst die Voraussetzungen für eine experimentelle Bestätigung der gefundenen Abhängigkeiten geprüft. Hierzu sind Betriebsbedingungen des Mikroskops zu ermitteln, unter denen sich die interessierenden Bildstrukturen, deren Dimensionen ja im Bereich der äußersten Leistungsgrenze [43,44] heutiger Mikroskope liegen, hinreichend definiert erzeugen lassen. Dann werden Methoden beschrieben, mit denen sich die auftretenden Beeinflussungen der Bildstrukturen erfassen lassen. Das verwendete Verfahren einer lichtoptischen Fourieranalyse der Bildstrukturen wird ausführlich beschrieben, da es sich als von genereller Bedeutung für die Hochauflösungsmikroskopie erweist. Schließlich werden die interessierenden Abbildungsparameter im Experiment gezielt variiert und ihre Einflüsse auf die Bildstrukturen mit der Theorie verglichen. Die Folgerungen für das praktische Arbeiten im elektronenmikroskopischen Hochauflösungsgebiet werden diskutiert.

+) Teilergebnisse wurden in kurzer Form bereits in [49] - [57] mitgeteilt.

2. Theorie

Die Wechselwirkung zwischen einem dünnen elektronenmikroskopischen Objekt und dem beleuchtenden Elektronenbündel besteht in einer von der örtlichen Potentialverteilung im Objekt abhängigen Phasenverschiebung der einfallenden Elektronenwelle, führt also zur Beugung. Derselbe Vorgang läßt sich als Streuung der einfallenden Elektronen an den Objektatomen beschreiben. Da eine echte Absorption von Elektronen im Objekt nicht stattfindet und andererseits Phasenunterschiede weder vom Auge noch von der Fotoplatte registriert werden, ist der in elektronenmikroskopischen Bildern zu beobachtende Kontrast notwendigerweise die Folge eines Eingriffes in einen idealen Abbildungsstrahlengang oder beruht auf Bildfehlern der Linsen.

Es ist üblich, zwei Hauptmechanismen der Kontrasterzeugung zu unterscheiden: den Streuabsorptions- oder Flächenkontrast und den Phasenkontrast. Beide Kontrastmechanismen beruhen auf einer Beeinflussung der an örtlichen Potentialschwankungen im Objekt gebeugten Wellen.

Durch Ausblenden der in relativ große Winkel gestreuten Elektronen mit einer Objektivaperturblende entstehen für zwei Objektbereiche, die sich in der Massendicke (Produkt aus Dichte und Objektdicke) unterscheiden, unterschiedliche Bildintensitäten I_1 und I_2; daraus resultiert ein Flächenkontrast $K = (I_1-I_2)/(I_1+I_2)$. Auf der Ausnutzung dieses Streuabsorptionseffektes beruhen die meisten der bisher elektronenmikroskopischen Aufnahmen entnommenen Informationen. In den Dimensionen des Hochauflösungsgebietes (laterale Objektdistanzen <1 nm) kann sich jedoch die Massendicke nur noch geringfügig ändern, außerdem muß wegen der angestrebten hohen Auflösung die Objektivapertur groß gewählt werden. Der Streuabsorptionskontrast sinkt deshalb dort unter die Nachweisgrenze, wie am Beispiel dünner Pt-Ir-Aufdampfschichten auch experimentell bestätigt wurde [49]. Hier kommt dem Phasenkontrast die entscheidende Bedeutung zu. Phasenkontrast entsteht durch Interferenz der gebeugten Wellen mit der Primärwelle in der Bildebene, sofern geeignete Phasenbeziehungen bestehen bzw. eingeführt worden sind, - z.B. durch eine Defokussierung des Objektivs [36].

Die Einflüsse einer angenommenen Defokussierung oder anderer Eingriffe bzw. Fehler auf den Phasenkontrast eines Einzelatoms

oder einer geordneten Gruppe von Atomen wurden von mehreren Autoren berechnet (z.B. [45,18,40,23,11,41,31]). Damit können die Grenzen des Abbildungsverfahrens abgeschätzt werden. Der praktisch tätige Hochauflösungsmikroskopiker möchte aber aus der Intensitätsverteilung im Bild eines Objektes mit unbekannter Atomanordnung und einer axialen Ausdehnung, die aus präparativen Gründen groß gegen die interessierenden Objektdetails ist, Rückschlüsse ziehen. Die Bildstrukturen solcher hochaufgelösten Aufnahmen zeigen dabei eine äußerst empfindliche Abhängigkeit vom Erregungszustand des Objektivs, also von der Defokussierung (vgl. Bildfolge in Abb.11), und von Bildfehlern dieser Linse. Dieses Verhalten lässt sich mit der den genannten Berechnungen zugrunde liegenden Betrachtungsweise nicht erklären bzw. erfassen. Hierzu ist eine besondere Behandlung erforderlich.

2.1 Defokussierungsabhängigkeit des Phasenkontrastes

Eine erste Deutung des Defokussierungsverhaltens von Bildstrukturen in hochvergrößerten Aufnahmen gab Lenz 1956 [7]. Er zeigte, daß die Beugung einer ebenen Elektronenwelle an einem dünnen Objekt mit sinusförmiger örtlicher Variation des inneren Potentials (Periodenlänge A) zu einer Stromdichteverteilung maximalen Kontrastes in einer Ebene im Abstand Δz unmittelbar hinter dem Objekt führt. Zwischen A und Δz besteht dabei der Zusammenhang

$$A = + (2 \lambda \Delta z)^{1/2} . \quad (\lambda = \text{Elektronenwellenlänge}) \qquad (1)$$

Lenz wies darauf hin, daß sich eine beliebige andere im Objekt vorliegende Verteilung der Phasenbeeinflussung nach dem Fourier-Theorem in Komponenten dieser Art zerlegen läßt. Bei der Abbildung durch das Objektiv sollte je nach dem Grad der Defokussierung Δz jeweils diejenige Fourierkomponente maximalen Bildkontrast hervorrufen, deren Periodenlänge A durch (1) bestimmt ist.

Experimentelle Untersuchungen des Verfassers [51] zeigten, daß die Beziehung (1) das Defokussierungsverhalten der Bildstrukturen gut beschreibt, solange der Einfluß des Öffnungsfehlers der Objektivlinse vernachlässigt werden kann. Diese Voraussetzung ist im hier interessierenden Hochauflösungsgebiet nicht

mehr erfüllt. Eine Beziehung, die den Öffnungsfehler berücksichtigt, wurde bereits in [49,50] angegeben; sie soll im folgenden ausführlicher begründet werden.

Sie basiert auf der Annahme, daß die Bildstrukturen analog dem Mechanismus des Zernike-Verfahrens [59] der Lichtoptik entstehen. Bei diesem Verfahren wird die Phasenverteilung in der Austrittsebene des Objektes in eine proportionale Intensitätsverteilung im fokussierten Bild umgewandelt; hierzu werden phasenschiebende Elemente in den Abbildungsstrahlengang eingeführt, welche die Phase der gebeugten Wellen gegenüber der Primärwelle um etwa $|\pi/2|$ verschieben und so die gleichen Verhältnisse wie bei einem Amplitudenobjekt herstellen. Je nach dem Vorzeichen der eingeführten Phasenverschiebung ergibt sich positiver oder negativer Phasenkontrast. Im elektronenmikroskopischen Fall war zu untersuchen, wieweit und unter welchen Bedingungen solche Phasenbeeinflussungen durch die kombinierte Wirkung von Defokussierung und Öffnungsfehler auftreten, und wie sie sich auf die Bildstrukturen hochaufgelöster Aufnahmen auswirken.

Wie bei Lenz wird eine kohärente axiale Bestrahlung (verschwindende Bestrahlungsapertur und einheitliche Elektronenwellenlänge) vorausgesetzt und die Beugung an einer eindimensionalen Fourierkomponente der Potentialverteilung des Objektes betrachtet. Die örtlichen Unterschiede in der Phasenbeeinflussung durch das Objekt sollen klein sein, dann brauchen keine höheren als die ± 1.Beugungsordnungen betrachtet zu werden. Der Wellenvektor der gebeugten Elektronenwelle bilde mit der Objektivachse den Winkel Θ (Abb.2). Die Periodenlänge der Fourierkomponente, Λ (im folgenden als reziproke Raumfrequenz bezeichnet), und Θ sind nach der für kleine Winkel vereinfachten Beugungsformel durch

$$\Lambda = \lambda / \Theta \qquad (2)$$

verknüpft. Die gebeugten Bündel durchsetzen das Objektiv und werden in dessen hinterer Brennebene fokussiert. Aus geometrischer Betrachtung (Abb.2) folgt in hinreichender Näherung [21] $x_B/f = \Theta$, und mit (2):

$$\Lambda = f \lambda / x_B \qquad (f = \text{Objektivbrennweite}). \qquad (3)$$

Jeder Raumfrequenz $1/\Lambda$ des Objektes ist nach (2) ein bestimmter

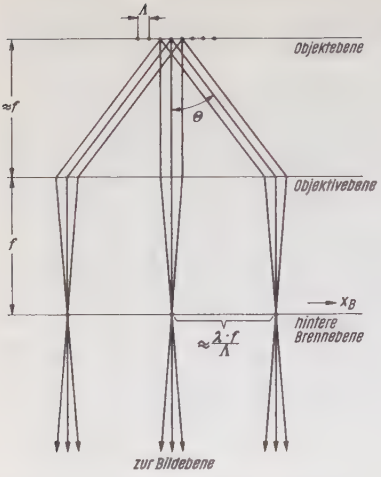


Abb.2 Zur Erläuterung von Gleichung (3).

Beugungswinkel Θ und nach (3) ein bestimmter Achsenabstand in der hinteren Objektivbrennebene zugeordnet. Sind die phasenschiebenden Einflüsse der Bildfehler (einschließlich einer Defokussierung) in Abhängigkeit von Θ oder vom Achsenabstand x_B bekannt, so lassen sich ihre Auswirkungen auf die ±1. Beugungsordnungen jeder Raumfrequenz getrennt betrachten.

Die durch Defokussierung Δz und Öffnungsfehler bewirkte Phasenverschiebung γ hat Scherzer [45] für den Fall einer dünnen Linse und unendlicher Vergrößerung in Abhängigkeit vom Beugungswinkel Θ berechnet. Danach gilt

$$\gamma = \pi \, (C_{\ddot{o}\infty} \, \theta^4 - 2 \, \Delta f \, \theta^2) \, / \, 2 \, \lambda \quad . \qquad (4)$$

In (4) sind $C_{\ddot{o}\infty}$ die Öffnungsfehlerkonstante der Theorie 3.Ordnung für den Fall unendlicher Vergrößerung und Δf die Abweichung der Objektivbrennweite von dem zur Fokussierung der Paraxialstrahlen in der Bildebene erforderlichen Wert.

Das elektronenmikroskopische Objektiv ist eine dicke Linse; wegen auftretender Hauptebenenverschiebungen ist eine Brennweitenabweichung Δf nicht identisch mit der hier interessierenden Defokussierung Δz. Außerdem ist die Voraussetzung unendlicher Vergrößerung nicht erfüllt. Gleichung (4) wird jedoch auch für diesen Fall streng gültig, wenn $C_{\ddot{o}\infty}$ durch die Öffnungsfehlerkonstante für die jeweils vorliegende endliche Vergrößerung ersetzt und statt der Brennweitenabweichung Δf die Defokussierung Δz in der Bedeutung des Abstandes der jeweils abgebildeten Ebene von der Objektebene in Rechnung gesetzt wird [+]. Aus (4) wird

$$\gamma = \pi \, (C_{\ddot{o}} \, \theta^4 - 2 \, \Delta z \, \theta^2) \, / \, 2 \, \lambda \quad . \qquad (5)$$

[+] Diese Fragen wurden inzwischen theoretisch von Albert [2] behandelt.

In Abb.3 ist die Phasenverschiebung γ über Θ nach (5) in dem beim heutigen Stand der Elektronenmikroskopie interessierenden

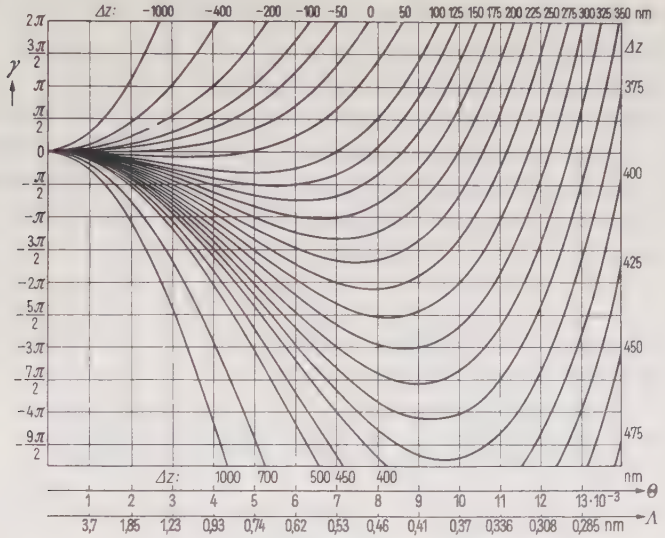


Abb.3 Phasenverschiebung γ in Abhängigkeit vom Winkel Θ zwischen der Objektivachse und dem Wellenvektor der gebeugten Elektronenwelle in der Objektebene, berechnet nach (5) mit $C_{\ddot{O}} = 4$ mm und $\lambda = 3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm für verschiedene Defokussierungswerte Δz. Zusätzlich sind an der Abszisse die den Winkeln Θ nach (2) entsprechenden Werte der reziproken Raumfrequenzen Λ angegeben.

Winkelbereich aufgetragen. Der Rechnung liegen die bei den Experimenten (Abschnitte 3 - 6) verwendeten Werte $C_{\ddot{O}} = 4$ mm und $\lambda = 3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm (Elektronenbeschleunigungsspannung $U_B = 100$ kV) zugrunde. Parameter ist die Defokussierung Δz. An der Abszisse sind zusätzlich die reziproken Raumfrequenzen Λ angegeben, die den Winkeln Θ nach (2) entsprechen. Man erkennt, daß bereits bei $\Delta z = 0$ oder schwachen Defokussierungen Phasenverschiebungen vom Betrag $\pi / 2$ zwischen Primärwelle ($\Theta = 0$) und gebeugten Wellen für bestimmte kleine Λ-Werte erreicht werden. Für noch kleinere Λ-Werte, also höhere Raumfrequenzen, liegen gleichzeitig Phasendifferenzen um ungeradzahlige Vielfache von $\pm \pi/2$ vor. Am Verlauf der Kurve für $\Delta z = 0$ ist der Beitrag des Öffnungsfehlers abzulesen. Er ist für $\Lambda > 1{,}2$ nm vernachlässigbar. In diesem Gebiet liegt für die aus (1) folgenden reziproken Raum-

frequenzen jeweils eine Phasenverschiebung $|\pi/2|$ vor. Für $\Lambda < 1{,}2$ nm setzt sich zunehmend der Öffnungsfehlereinfluß durch. Die Kurven für positive Defokussierungen lenken um und es entstehen Bereiche, in denen sich die Phasenverschiebung nur wenig mit Λ ändert.

Diese Beobachtungen führten - gestützt durch bereits vorliegende experimentelle Befunde - zu der Annahme, daß bei einem bestimmten Defokussierungswert jeweils diejenigen Raumfrequenzen der Phasenverteilung des Objektes maximalen Phasenkontrast im Bild erreichen, deren ± 1. Beugungsordnungen infolge Öffnungsfehler und Defokussierung Phasenverschiebungen von

$$\gamma = (2n - 1)\,\pi / 2, \qquad n \text{ ganzzahlig}, \tag{6}$$

gegen die Primärwelle erleiden. Durch Einführen von (6) in die Scherzersche Gleichung (5) ergibt sich

$$C_{\ddot{o}}\,\theta^4 - 2\,\Delta z\,\theta^2 - (2n - 1)\,\lambda = 0 \quad . \tag{7}$$

Daraus folgt mit (2):

$$\Lambda = + \lambda \left[\frac{\Delta z}{C_{\ddot{o}}} \pm \left[\left(\frac{\Delta z}{C_{\ddot{o}}} \right)^2 + \frac{(2n - 1)\,\lambda}{C_{\ddot{o}}} \right]^{1/2} \right]^{-1/2} \tag{8}$$

als Beziehung für die Defokussierungsabhängigkeit der reziproken Raumfrequenzen Λ im Fall nichtverschwindenden Öffnungsfehlers.

Für $C_{\ddot{o}} = 0$ ergibt sich ebenso aus (7) und (6) mit (2):

$$\Lambda = + \left(\frac{2\,\lambda\,\Delta z}{1 - 2n} \right)^{1/2} \quad . \tag{9}$$

Gleichung (9) ist für $n = 0$ identisch mit (1).

In Abb.4 ist $\Lambda(\Delta z)$ nach (8) mit $C_{\ddot{o}} = 4$ mm und $\lambda = 3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm im interessierenden Defokussierungsbereich für $n = +10$ bis -16 dargestellt (ausgezogene Kurven). Für $n < -16$ sind nur noch die Scheitelpunkte der Kurven markiert. Die beiden gestrichelten Kurven zeigen die Defokussierungsabhängigkeit nach (1) bzw. (9) für den praktisch nicht realisierbaren Fall verschwindenden Öffnungsfehlers. Die aus (9) für andere n folgenden Kurven sind deshalb nicht eingezeichnet. Für $\Lambda > 1{,}2$ nm wird die Defo-

kussierungsabhängigkeit jedoch hinreichend genau durch (1) bzw. bei größeren Defokussierungen auch für kleinere Λ durch (9) beschrieben.

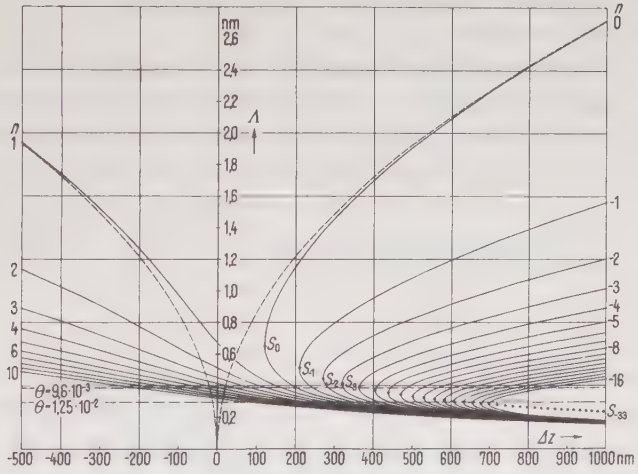


Abb.4 Theoretische Defokussierungsabhängigkeit der reziproken Raumfrequenzen Λ nach (8) (ausgezogene Kurven) und nach (1) (gestrichelte Kurven) für $C_{\ddot{o}}$ = 4 mm und λ = $3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm. Für $n < -16$ sind nur noch die Scheitelpunkte der Kurven markiert. Die strichpunktierten Geraden kennzeichnen die Übertragungsgrenzen für zwei im Experiment verwendete Werte der Objektivapertur.

Aus einer Darstellung wie in Abb.4 läßt sich für jeden Defokussierungswert sofort ablesen, für welche reziproken Raumfrequenzen die Bedingung für Maximalkontrast erfüllt ist. Dabei ist zu beachten, daß benachbarte Kurvenzweige jeweils Maximalkontrast entgegengesetzten Vorzeichens anzeigen. Eine Phasenverschiebung um $-\pi/2$ bewirkt positiven, eine solche um $+\pi/2$ negativen Maximalkontrast. Phasenverschiebungen, die sich hiervon lediglich um ganzzahlige Vielfache von 2π unterscheiden, sind jeweils gleichwertig. Auf allen Kurven für geradzahliges n liegt maximaler positiver, für ungeradzahliges n maximaler negativer Phasenkontrast vor (s. Abschnitt 5.2).

Zwischen benachbarten Kurven sinkt der Kontrast demnach auf Null, und zwar für $\gamma = n\,\pi$. Durch Einsetzen dieser Bedingung in (5) läßt sich eine der Gleichung (8) analoge Beziehung

für verschwindenden Kontrast herleiten. Für die Bilddeutung interessiert aber mehr, welche Raumfrequenzen neben derjenigen mit Maximalkontrast noch nachweisbaren Kontrast erreichen, welche Bandbreite also jeweils beteiligt ist. Sie läßt sich experimentell nach einer in Abschnitt 4.2.3 beschriebenen Methode angenähert ermitteln.

Guter Kontrast für einen jeweils relativ breiten Λ-Bereich ist in der näheren Umgebung der Scheitel S_n der Kurven für $n \leq 0$ zu erwarten. Diese Scheitel entsprechen den Minima der Kurven $\gamma(\Theta)$ in Abb.3. Aus (8) ergeben sich die Scheitelkoordinaten zu

$$\Delta z = + (1 - 2n)^{1/2} \lambda^{1/2} C_{\ddot{o}}^{1/2} \qquad (10)$$

und

$$\Lambda = + (1 - 2n)^{-1/4} \lambda^{3/4} C_{\ddot{o}}^{1/4} \quad . \qquad (11)$$

Die strichpunktierten Geraden in Abb.4 markieren den Einfluß der Objektivaperturbegrenzung für zwei im Experiment verwendete Blendenöffnungen von 50/um und 60/um Ø. Die angegebenen Aperturwinkel folgen aus (3) und (2) mit f = 2,6 mm. Die ±1. Beugungsordnungen von Λ-Werten, die jeweils unterhalb einer solchen Linie liegen, gelangen nicht mehr in das Bild. Der Blendendurchmesser begrenzt also den am Phasenkontrast beteiligten Frequenzbereich.

Bisher wurden die Verhältnisse eindimensional betrachtet. Die Ergebnisse lassen sich ohne weiteres auf den zweidimensionalen Fall, also flächenhafte Objekte, sinngemäß anwenden, wenn man unter Λ den Linienabstand einer zweidimensionalen Raumfrequenz mit den Komponenten (u,v) versteht und ein Azimut α einführt:

$$\Lambda = + (u^2 + v^2)^{-1/2} \quad ; \quad \alpha = \text{arc tg } \frac{u}{v} \quad . \qquad (12)$$

Unter der Voraussetzung idealer Rotationssymmetrie des Abbildungsfeldes der Linse entstehen hieraus keine neuen Gesichtspunkte; die Defokussierungsabhängigkeit wird dann unabhängig vom Azimut α durch (8) beschrieben.

2.2 Einfluß des axialen Astigmatismus

Die Voraussetzung idealer Rotationssymmetrie des abbildenden Linsenfeldes ist in der Praxis selten erfüllt, da sich auch

mittels eines Stigmators der axiale Astigmatismus aus experimentellen Gründen nur bis zu einem gewissen Grade korrigieren läßt (vgl. Abschnitt 5.3). Bei einer astigmatischen Linse ist die Brennweite und damit auch die Defokussierung vom Azimut abhängig. Das führt zu einer entsprechenden azimutalen Abhängigkeit der nach (8) mit Maximalkontrast in das Bild übertragenen Raumfrequenzen. Eine vollständige Beschreibung der Bildstrukturen muß deshalb auch den axialen Astigmatismus berücksichtigen.

Es genügt, den axialen Astigmatismus 1.Ordnung (zweizähliger Astigmatismus) zu betrachten. Dann lassen sich zwei bestimmte, aufeinander senkrechte Ebenen, die beide die optische Achse enthalten, angeben, zwischen denen die maximal auftretende Defokussierungsdifferenz besteht. Diese Ebenen sind in Abb.5 schraffiert

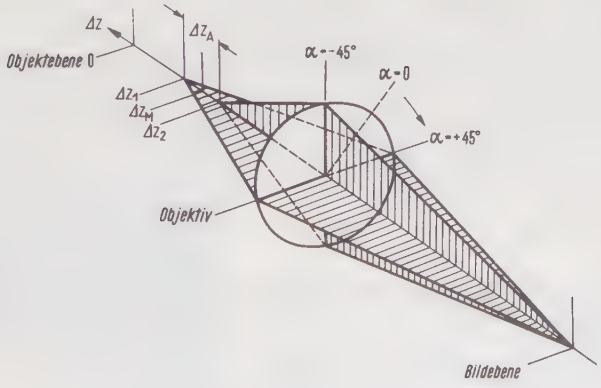


Abb.5 Zur Herleitung von Gleichung (17).

dargestellt +). In der einen Ebene liege die Defokussierung Δz_1, in der anderen Δz_2 vor. Der Betrag der Differenz beider Werte soll als astigmatische Defokussierungsdifferenz Δz_A bezeichnet werden:

$$\Delta z_A = |\Delta z_1 - \Delta z_2| \quad . \tag{13}$$

+) Die magnetische Bilddrehung wird bei dieser Darstellung vernachlässigt. In Wirklichkeit sind die Koordinaten des Bildes um jeweils unterschiedliche Beträge gegen die Koordinaten der hinteren Brennebene, der Linsenebene und der Objektebene verdreht.

In der durch $\alpha = 0$ markierten Ebene besteht eine mittlere Defokussierung

$$\Delta z_M = (\Delta z_1 + \Delta z_2) / 2 \quad . \tag{14}$$

Die azimutale Abhängigkeit der Defokussierung Δz läßt sich beschreiben durch

$$\Delta z(\alpha) = \Delta z_M + (\Delta z_A \sin 2\alpha) / 2 \quad . \tag{15}$$

Für die Phasenverschiebung γ gilt dann anstelle von (5):

$$\gamma = \pi \, (C_{\ddot{o}} \, \theta^4 - 2 \, \Delta z_M \, \theta^2 - \Delta z_A \, \theta^2 \sin 2\alpha) / 2 \, \lambda \quad . \tag{16}$$

Mit der Bedingung für Maximalkontrast (6) und mit (2) - oder auch direkt durch Einsetzen von (15) in (8) - folgt

$$\Lambda = +\lambda \left[\frac{2\Delta z_M + \Delta z_A \sin 2\alpha}{2 C_{\ddot{o}}} \pm \left[\left[\frac{2\Delta z_M + \Delta z_A \sin 2\alpha}{2 C_{\ddot{o}}} \right]^2 + \frac{(2n-1)\lambda}{C_{\ddot{o}}} \right]^{1/2} \right]^{-1/2} \quad . \tag{17}$$

Aus (17) lässt sich für beliebige Werte von Δz_M und Δz_A die azimutale Abhängigkeit der mit Maximalkontrast in das Bild übertragenen Raumfrequenzen errechnen. In analoger Weise können auch Astigmatismen höherer Ordnung erfasst werden, ihre Einflüsse sind aber beim heutigen Stand der Elektronenmikroskopie i.a. vernachlässigbar.

3. Anfertigung von Fokussierungsreihen unter Hochauflösungsbedingungen

Zur experimentellen Prüfung der theoretischen Aussagen müssen extrem feingestufte Fokussierungsreihen angefertigt werden. Dabei sind folgende Bedingungen zu erfüllen:

1. Das verwendete Objekt muß im abgebildeten Bereich alle interessierenden Raumfrequenzen enthalten.
2. Die zwischen beliebigen Aufnahmen einer Reihe entstandenen Defokussierungsunterschiede müssen sich hinreichend genau angeben lassen.
3. Der Bildkontrast aller Aufnahmen einer Reihe darf nicht durch zusätzliche Fehler oder Störungen, wie Farbfehler, Inkonstanzfehler, Objekt- und Bildbewegungen sowie Verschmutzung beeinträchtigt sein.

Im Vorgriff auf die Ergebnisse kann gesagt werden, daß der ersten Bedingung offenbar alle dünnen amorphen Objekte genügen,

wenn ein hinreichend großer Objektbereich (ca. 0,01 $/\mu m^2$) betrachtet wird. Die weiteren Bedingungen lassen sich im hier erforderlichen Ausmaß nur durch eine besondere Betriebsweise des Mikroskops, die im einzelnen beschrieben wird, erfüllen.

3.1 Verwendete Objekte

Als Objekte dienten sehr dünne ($\leq$ 100 nm) Kohlefolien, die mittels Glimmentladung in Benzoldampf in einer Apparatur nach König u. Helwig [29] hergestellt wurden. Die Kohlefolien entstanden dabei zunächst als Zweitschicht auf einem dünnen Kollodiumfilm der seinerseits Löcher von ca. 0,3 - 3 $/\mu m$ Ø in einem dickeren, stabilisierten Kollodiumfilm auf einer Blendenbohrung von 70 $/\mu m$ Ø überspannte. Der dünne Kollodiumfilm wurde dann durch Tempern bei 220 °C verpufft.

Die über den Löchern freitragend verbleibende Folie besteht weitgehend aus amorphen Kohlenstoff. Im Feinbereichsbeugungsdiagramm treten außer der O.Ordnung nur zwei sehr schwache diffuse Maxima auf, die beugenden Abständen von etwa 0,23 nm und 0,13 nm entsprechen. Ein solches Diagramm zeigt Abb.6; die markierten Kreise kennzeichnen die Lage der Objektivaperturblende bei Aperturen von $9{,}6 \cdot 10^{-3}$ (innerer Kreis) bzw. $1{,}25 \cdot 10^{-2}$.

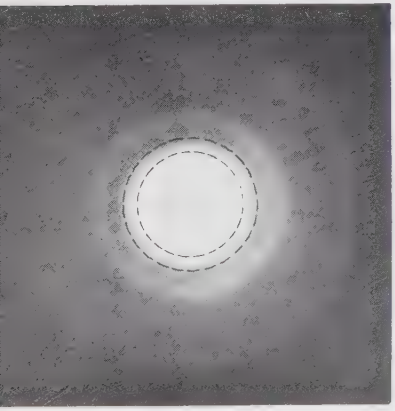


Abb.6 Elektronenbeugungsdiagramm einer ca. 100 nm dicken Kohlefolie. Die beiden diffusen Beugungsringe entsprechen beugenden Abständen von etwa 0,23 bzw. 0,13 nm. Die markierten Kreise kennzeichnen die Lage der Objektivaperturblende bei $\alpha_o = 9{,}6 \cdot 10^{-3}$ bzw. $\alpha_o = 1{,}25 \cdot 10^{-2}$.

Die Objekte wurden sehr sorgfältig hinsichtlich Aufladungsfreiheit und Stabilität bei Elektronenbestrahlung überprüft; nur wenige genügten den gestellten hohen Anforderungen.

Zum Vergleich wurden auch Kohleverdampfungsschichten nach Bradley [8] und biologische Dünnschnitte abgebildet. Im prinzipiellen Verhalten der feinen Bildstrukturen zeigten sich keine Unterschiede.

3.2 Mikroskop und Aufnahmebedingungen

Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden an einem serienmäßigen ELMISKOP IA (Siemens AG) angefertigt. Bei allen Untersuchungen wurde derselbe Wert der Elektronenbeschleunigungsspannung verwendet. Er wurde mit einem möglichen Fehler von ± o,5 kV auf 100 kV eingestellt. Dem entspricht eine Materiewellenlänge $\lambda = 3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm.

Als Elektronenquelle wurden statt der üblichen Haarnadelkathoden ausschließlich Spitzenkathoden vom Lanzett-Typ [38] verwendet. Der Achsenrichtstrahlwert R des Strahlerzeugers ist dann bei gleichem Strahlstrom um etwa den Faktor 5 erhöht [48]. Der Richtstrahlwert hängt mit den Bestrahlungsparametern j_B (Beleuchtungsstromdichte) und α_B (Bestrahlungsapertur) gemäß

$$j_B = \pi \, R \, \alpha_B^2 \tag{18}$$

zusammen. Mit Spitzenkathoden wird demnach der aus Gründen der Bildhelligkeit erforderliche Mindestwert von j_B bei verringerter Bestrahlungsapertur erreicht. Dann ist die laterale Kohärenzlänge am Objekt vergrößert (vgl. Abschnitt 5.4). Andererseits lassen sich nach (18) bei übereinstimmenden Bestrahlungsaperturen höhere Beleuchtungsstromdichten erzielen, was bei den hohen elektronenoptischen Vergrößerungen, die wegen des begrenzten Auflösungsvermögens des Aufnahmematerials angewendet werden müssen, sehr erwünscht ist und sich besonders vorteilhaft bei der Astigmatismuskorrektur auswirkt.

Zur Variation der Beleuchtungsstromdichte bei konstanter Bestrahlungsapertur wird i.a. die Strahlstromabhängigkeit des Richtstrahlwertes ausgenutzt. Versuche zeigten, daß sich beim Übergang zu hohen Strahlströmen ($> 10\,\mu A$) der Kontrast feiner Strukturdetails verschlechterte. Bisher ließ sich nicht sicher klären, ob hierfür Vorgänge im Objekt infolge der erhöhten Beleuchtungsstromdichte verantwortlich sind, ob es sich um Raumladungsbildfehler [37,28] handelt, oder ob bereits im Bestrahlungssystem eine unzulässig hohe Verbreiterung der Energieverteilung der Strahlelektronen (Boersch-Effekt [4]) auftritt. Der Strahlstrom wurde deshalb für die Aufnahmereihen möglichst gering gewählt.

Hohe Stromdichten am Objekt sind auch aus einem weiteren Grunde unerwünscht: Die Objektverschmutzung durch kondensie-

rende Kohlenwasserstoffmoleküle aus dem Restgas der Mikroskopröhre steigt bei der angewendeten Feinstrahlbeleuchtung (2 /um bis 5 /um Ø) merklich mit der Objektstromdichte an. Durch Verwendung einer Einrichtung für Objektraumkühlung [22,25] wurde sichergestellt, daß unter den Versuchsbedingungen die Verschmutzungsgeschwindigkeit $< 0{,}01$ nm/s war. Außerdem wurde die Dauer einer Aufnahmereihe so kurz wie möglich gehalten. Die 24 Aufnahmen einer Reihe wurden meist innerhalb von 4 Minuten belichtet. Gelegentlich trat starker Kohlenstoffabbau am Objekt auf. Es wurde festgestellt, daß bereits sehr geringe Vakuumundichtigkeiten, sofern sie in unmittelbarer Nähe des Objektes liegen, diesen Effekt hervorrufen können. Solche geringen Lecks beeinflussen das erreichbare Endvakuum nicht merklich, sie können aber an einer Leckratenmessung erkannt werden.

Die Defokussierungsunterschiede dz zwischen den Aufnahmen einer Reihe werden durch stufenweise Änderung des Objektiverregungsstromes I vorgegeben. Die kleinste mögliche Stufe war $\Delta I = 1{,}4$ /uA; mit I = 500 mA (Grob-Scharfstellstrom) ergibt sich eine relative Änderung $\Delta I/I = 2{,}8 \cdot 10^{-6}$. Zwischen der Objektivstromänderung ΔI und der verursachten Verschiebung dz der Scharfstellebene besteht immer nur in einem kleinen Bereich des Gesamtstromes ein annähernd linearer Zusammenhang. Er läßt sich folgendermaßen ermitteln: Der Scharfstellstrom wird bei der vorliegenden Objektlage auf etwa 1 ‰ genau gemessen. Dann wird die Objektlage durch Einlegen von Distanzringen in die Objektpatrone axial in beiden Richtungen in meßbaren Stufen (z.B. jeweils 100 /um) verändert und der zugehörige Scharfstellstrom ebenso bestimmt. Die eingestellten Abweichungen von der Ausgangsobjektlage werden über dem Scharfstellstrom aufgetragen und der Zusammenhang zwischen dz und ΔI aus der Steigung der Kurve im Arbeitspunkt entnommen. Für zwei um 100 /um getrennte Objektlagen unterscheiden sich die von derselben Stromänderung ΔI verursachten Verschiebungen dz bereits um etwa 10 %. Deshalb wurde bei allen Aufnahmereihen dieselbe Objektlage auf $\pm$ 10 /um genau unter Kontrolle des Scharfstellstromes eingestellt. Bei dem zugehörigen Scharfstellstrom I = 500 mA ($f \approx 2{,}55$ mm) gilt $dz/\Delta I = 7{,}0$ nm / /uA.

Die tatsächlich entstehenden Defokussierungsunterschiede hängen wegen der Drift des Objektivstromes und der Beschleu-

nigungsspannung auch vom zeitlichen Abstand der Belichtungen ab. Nach Messungen mit hochempfindlichen Kompensationsschreibern waren nach 40 min Einlaufzeit stets die relative Objektivstromdrift auf $\Delta I/I \leq 2 \cdot 10^{-6}$/min und die relative Beschleunigungsspannungsdrift auf $\Delta U/U \leq 4 \cdot 10^{-6}$/min abgesunken (das Mikroskop war mit einem außenliegenden Hochspannungsmeßteiler [12] ausgestattet). Jede Größe für sich würde eine Defokussierungsänderung $dz \leq 7$ nm/min verursachen, die Auswirkungen sind in der Praxis jedoch gegengerichtet und kompensieren sich teilweise. Die resultierende Defokussierungsänderung konnte mit der in Abschnitt 4.2 beschriebenen Methode gemessen werden, sie war immer kleiner als 2 nm/min. Im Experiment wurde als kleinste sinnvolle Stromänderung $\Delta I = 2{,}8\,\mu A$ vorgegeben und eine sehr schnelle Bildfolge angestrebt. Bei einer Belichtungszeit von 3 s läßt sich eine Bildfolge in Abständen von 10 s erreichen. Dann ist infolge Drift ein relativer Fehler für dz von maximal 6 % zu erwarten. Für einen Teil der Aufnahmen einer Reihe wurden erheblich größere Defokussierungsunterschiede vorgegeben, um den für die Auswertung erwünschten Gesamtbereich zu erfassen. Meist entsprach die insgesamt vorgenommene Stromänderung einem Defokussierungsbereich von etwa 800 nm. Der Defokussierungsunterschied zwischen der ersten und der letzten Aufnahme wird unter den genannten Bedingungen von der Drift wenig beeinflusst; der relative Fehler bleibt unter 1 % .

Wesentlich größere Fehler in der Zuordnung der Aufnahmen treten auf, wenn der etwa 50 µm lange Bohrungskanal handelsüblicher Objektivaperturblenden verschmutzt und einen zeitlich veränderlichen axialen Astigmatismus erzeugt. Dieser anfangs sehr störende Effekt konnte durch Verwendung von Spezialblenden mit einem auf weniger als 5 µm verkürzten Bohrungskanal weitgehend ausgeschaltet werden [+].

Ein angegebener Defokussierungswert ist korrekt als Schwerpunkt einer Defokussierungsschwankung und eine Defokussierungsänderung als Verschiebung dieses Schwerpunktes aufzufassen. Denn selbst bei verschwindender Drift der Beschleunigungsspannung und des Objektivstromes bewirken die periodischen und die sta-

---

[+] Zur Herstellung wird eine handelsübliche Molybdän-Blende senkrecht mit Kupfer bedampft (ca. 5 µm dick), die Aufdampfschicht abgelöst und mit Silberlot auf einem Tragring zentrisch befestigt.

tistischen Schwankungen dieser Größen, daß die Defokussierung einer Aufnahme über einen gewissen Bereich verschmiert ist. Aus Abb.4 läßt sich unmittelbar anschaulich abschätzen, wie sich dieser Inkonstanzfehler auf den Kontrast feiner Strukturen auswirkt. Auf Grund von Registrierungen darf angenommen werden, daß während der gewählten Aufnahmezeitpunkte die Defokussierungsunschärfe meist kleiner als 10 nm war. Dieser Wert gilt nur für kleine Strahlströme.

Kontrastverschlechternd wirken sich auch Objekt- und Bildbewegungen während der Aufnahme aus. Durch extreme Sauberkeit aller Blenden und des Mikroskopinnenrohres sowie durch konsequentes Abklingenlassen von Erschütterungen lassen sich objektunabhängige Bildbewegungen hinreichend klein halten. Dagegen bereiteten Objektbewegungen aus thermischen Gründen und infolge mechanischer Nachzieheffekte anfangs Schwierigkeiten. Am Leuchtschirmbild ist nicht mehr zu erkennen, ob die Objektdrift bereits auf zulässige Werte abgesunken ist. Deshalb wurden in besonderen Versuchen die Voraussetzungen ermittelt, unter denen die Drift mit großer Wahrscheinlichkeit hinreichend klein ($\approx$ 0,02 nm/s) war. Danach ist es zweckmäßig, den Erregungsstrom der Linsen mindestens 2 Stunden vor Aufnahmebeginn einzuschalten, damit sich im Bereich des Objekttisches ein thermisches Gleichgewicht einstellen kann. Temperaturänderungen des Linsenkühlwassers sollten geringer als 1 ^{o}C/h sein und die Temperatur des Mikroskopraumes auf etwa $\pm$ 2 ^{o}C konstant gehalten werden. Massive Teile des Objekthalters dürfen bereits längere Zeit vor der Aufnahme nicht mehr bestrahlt werden, und die Objekttischverstellung darf letztmalig etwa 2 min vor Aufnahmebeginn betätigt werden.

Die in die Berechnungen eingehende Öffnungsfehlerkonstante des Objektivs wurde nach dem von Kunath u. Riecke [30] beschriebenen Verfahren gemessen +). Für die verwendete Objektlage (I = 500 mA, f $\approx$ 2,55 mm) ergab sich in Übereinstimmung mit den Ergebnissen dieser Autoren der Wert $C_{\ddot{o}}$ = 4 mm $\pm$ 10 % . Die elektronenoptische Vergrößerung wurde durch einstufige Abbildung eines lichtoptisch vermessenen Objektes (Blendenbohrung von 200 µm Ø, mit Lochfolie überspannt) und Anschluß

+) Diese Messung wurde freundlicherweise von Herrn Dipl.-Phys. D. Krahl durchgeführt.

an kleinere Objektdetails bei höheren Vergrößerungen bestimmt. Die Zwischenlinse wurde mit der verfügbaren Maximalerregung und das Projektiv im Vergrößerungsmaximum betrieben. Hierdurch und wegen der verkürzten Objektivbrennweite wurde eine Vergrößerung von 178 000 : 1 in der Registrierebene erreicht und stets angewendet. Die Vergrößerungsangabe ist mit einem relativen Fehler von ± 2 % behaftet.

Das Mikroskop wurde im Laufe der Untersuchungen mit einem elektrischen Belichtungsverschluß und einer Spezial-Aufnahmekassette für 24 Fotoplatten des Formates 6,5 cm x 9 cm ausgestattet. Die photographischen Registrier- und Entwicklungsbedingungen wurden genormt, um einen von photographischen Faktoren weitgehend unabhängigen Vergleich verschiedener Aufnahmen und Reihen zu ermöglichen. Es wurde immer bei sehr gutem Vakuum gearbeitet (Anzeigewert: $\leq 1 \cdot 10^{-5}$ Torr) und auf eine einwandfreie Justierung [42] des Abbildungssystems geachtet. Die Astigmatismus-Feinkorrektur wurde unter Beobachtung der Bildstrukturen durchgeführt. Es wurden Aufnahmezeitpunkte gewählt, an denen äußere magnetische Störfelder und Gebäudeerschütterungen gering waren.

4. Auswertungsmethoden

4.1 Ausmessen von Bildstrukturen

Für den Vergleich von Experiment und Theorie müssen die in der Intensitätsverteilung der Bilder bzw. der Schwärzungsverteilung auf den Fotoplatten enthaltenen Raumfrequenzen sowie die jeweils vorliegenden absoluten Defokussierungswerte ermittelt werden.

Zunächst wurde vereinfachend angenommen, daß die Abstände benachbarter Schwärzungsextrema im Bild nach Division durch die Gesamtvergrößerung unmittelbar solchen reziproken Raumfrequenzen der Phasenverteilung in der Austrittsebene des Objektes entsprechen. Diese Annahme ist sicher für solche Bildorte berechtigt, an denen sich besonders deutliche benachbarte Schwärzungsextrema ausbilden konnten.

Das führt zu einer ersten Auswertungsmethode: In den Aufnahmen einer Fokussierungsreihe werden die Abstände einer möglichst großen Zahl solcher bevorzugter Details ausgemessen und gemittelt. Lassen sich die Abstände deutlich in unterschiedliche Gruppen einteilen, so wird der Mittelwert für jede Gruppe getrennt bestimmt. Die Mittelwerte werden in eine Darstellung

eingetragen, deren Abszisse den Defokussierungsunterschied jeder Einzelaufnahme gegen den noch unbekannten absoluten Defokussierungswert der ersten Aufnahme der Reihe angibt. Dann wird versucht, diese Darstellung in das Kurvensystem der Abb.4 durch geeignete Abszissenverschiebung einzuordnen.

Mit dieser Methode läßt sich, wie bereits in [51] kurz mitgeteilt, schon eine recht befriedigende Übereinstimmung mit den Aussagen von (8) nachweisen. Die beschriebene Auswertung ist allerdings sehr zeitraubend, und sie ist, da die Auswahl der auszumessenden Details und die Zuordnung zu Abstandsgruppen von der Entscheidung des Auswertenden abhängen, nicht frei von subjektiven Einflüssen. Sie liefert auch nur für die oberen zwei bis drei Kurven des Systems brauchbare Ergebnisse; wenn bei größeren Defokussierungen viele eng benachbarte Frequenzbänder auftreten, versagt die Zuordnung. Auch läßt sich eine azimutale Abhängigkeit der Raumfrequenzen nur schwer erfassen. Gleichung (8) kann so nicht streng bestätigt werden, weil infolge der Beschränkung auf ausgewählte Bilddetails sicher nicht alle im Bild enthaltenen Raumfrequenzen berücksichtigt werden. Da die Stromdichteverteilung in der Bildebene durch Überlagerung der Beiträge aller nach (8) übertragenen Raumfrequenzen entstanden zu denken ist, wird auch der Abstand zweier Schwärzungsextrema i.a. nicht nur von einer einzelnen Raumfrequenz bestimmt. Für eine strenge Prüfung von (8) ist eine zweidimensionale Fourieranalyse der gesamten Intensitätsverteilung des Bildes mit objektiven Mitteln erforderlich.

4.2 Diffraktometerauswertung

Eine solche Fourieranalyse läßt sich mit einem lichtoptischen Diffraktometer [47], wie es für lichtoptische Analogieverfahren bei Röntgenfeinstrukturuntersuchungen seit langem verwendet wird +), durchführen. Erste Ergebnisse mit einer solchen Anordnung wurden bereits in [52,53] mitgeteilt; die inzwischen verbesserte Anordnung und das Auswertungsverfahren werden im folgenden beschrieben.

+) Herrn Professor Dr. W. Hoppe, München, danke ich für den Hinweis auf diese Methoden.

4.2.1 Das Diffraktometer

Das Diffraktometer ist eine geeignet dimensionierte Fraunhofersche Beugungsanordnung; es wird die Tatsache ausgenutzt, daß die Amplitude in der Brennebene einer solchen Beugungsanordnung mit der ortsabhängigen Amplitudenverteilung am Ort des beugenden Objektes über eine Fouriertransformation zusammenhängt.

Abb.7 zeigt die verbesserte Anordnung und schematisch den Strahlengang. Mittels Lichtquelle Q, Kondensor K, Blende Bl und Linse L_1 wird eine parallele Beleuchtung des bei O angeordneten Negativs der elektronenmikroskopischen Aufnahme erzeugt. Die in der Brennebene der Linse L_2 bei B_1 entstehende Beugungsfigur wird mit einem Projektiv P in die Ebene B_2 vergrößert abgebildet und dort photographisch registriert.

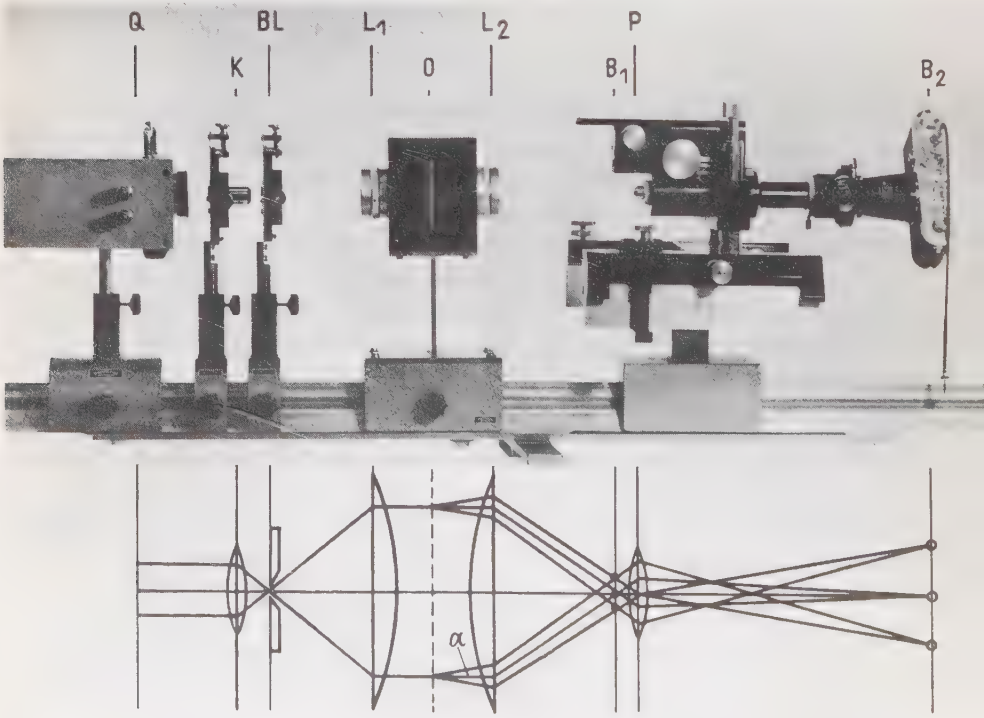


Abb.7 Lichtoptisches Diffraktometer. Es bedeuten: Q: Lichtquelle (He-Ne-Laser); K: Kondensor; Bl: Blende; L_1,L_2: korrigierte Linsensysteme; O: Ort des beugenden Objektes; B_1: Brennebene von L_2; P: Projektiv; B_2: Registrierebene.

Als Lichtquelle diente anfangs eine Quecksilber- Höchstdrucklampe. Die Registrierung erforderte dann je nach der mittleren

Schwärzung der beugenden Bildstrukturen Belichtungszeiten von 15 min bis zu 4 Stunden. Zur Monochromatisierung mußte ein Linienfilter (λ_{max} = 547 nm, Halbwertsbreite 10 nm) in den Strahlengang eingesetzt werden; an den Grenzflächen dieses Filters traten störende Reflexionen auf. Diese Nachteile entfallen mit einem Laser als Lichtquelle (He-Ne-Laser, λ = 632,8 nm). Die Belichtungszeiten konnten auf 15 s bis 2 min verringert werden, außerdem sind die Abbildungsfehler kleiner. Da das Laserstrahlenbündel einen Durchmesser von nur 2 mm hat, jedoch ein Objektbereich bis zu 30 mm Ø parallel bestrahlt werden sollte, mussten Kondensor, Blende und Linse L_1 beibehalten werden. Die Öffnung der Blende Bl mußte sehr klein gewählt werden (5/um Ø), sonst zeigte die Beugungsfigur eine zu grobe Granulation [35]. Die Linsen L_1 und L_2 (Leica-Objektive Elmarit, f = 90 mm, und Hektor, f = 135 mm) sind zueinander zentriert in eine Halterung eingeschraubt, in die seitlich das beugende Objekt, also die zu analysierende Fotoplatte mit der Schwärzungsverteilung, eingeführt wird. Die Größe des beleuchteten Bereiches wird mit der Irisblende der Linse L_1 variiert. Die Anordnung muß sehr genau zu der durch die Linsen L_1 und L_2 vorgegebenen Achse justiert werden, andernfalls treten deutlich Störreflexe und Abbildungsfehler auf. Zum Einstellen des Parallelstrahlenganges werden die Linse L_2 und die Registriervorrichtung entfernt. Die Halterung mit der Linse L_1 wird dann solange axial verschoben, bis der austretende Strahlquerschnitt über eine Länge von ca. 2 m im Rahmen der Meßgenauigkeit konstant bleibt. Die Beugungsfiguren hatten in der Registrierebene einen Durchmesser von etwa 10 mm, die Scharfstellung konnte über einen Prismeneinsatz kontrolliert werden. Die Beugungslänge der Gesamtanordnung wurde bei jeder Registrierungsserie mit einem Eichobjekt (Cu-Netz, Gitterkonstante 127/um) neu bestimmt.

Der für die Auswertung der Beugungsfiguren erforderliche Zusammenhang zwischen den Raumfrequenzen des beugenden Objektes und den Koordinaten in der Beugungsebene ergibt sich analog der Begründung von (3) zu

$$\Lambda' = \frac{\lambda' f'}{x_B'} \quad , \tag{19}$$

dabei bezeichnet Λ' eine reziproke Raumfrequenz der Schwärzungsverteilung auf dem elektronenmikroskopischen Negativ, λ' die

Wellenlänge der Laserstrahlung, f' die Brennweite der Linse L_2 und x_B' einen Achsenabstand in der Beugungsebene B_1. Bei Berücksichtigung der elektronenmikroskopischen Vergrößerung V der beugenden Bildstrukturen und der Nachvergrößerung V' der lichtoptischen Beugungsfigur durch das Projektiv P läßt sich ein Achsenabstand x_B'' in der Registrierebene B_2 direkt auf reziproke Raumfrequenzen A des elektronenmikroskopischen Objektes beziehen. Es gilt

$$A = \frac{\lambda' f' V'}{V x_B''} \quad . \tag{20}$$

Für die zweidimensionale Betrachtung gelten sinngemäß die Bemerkungen zu (12).

4.2.2 Ermittlung der Raumfrequenzen mit Maximalkontrast

Die beschriebene lichtoptische Fouriertransformation liefert also die spektrale Verteilung der örtlichen Intensitätsvariationen des beugenden Objektes als Funktion der Koordinaten in der Registrierebene. Da nach der Theorie nur selektive Frequenzbänder am Phasenkontrast im elektronenmikroskopischen Bild beteiligt sind, sollte der radiale Verlauf der Beugungsintensität entsprechende Maxima und Minima aufweisen.

Das kommt in den Beugungsfiguren sehr deutlich zum Ausdruck. Abb.8 zeigt links unten in lichtoptischer Nachvergrößerung einen Ausschnitt aus der für Abb.1 verwendeten Aufnahme und darüber die lichtoptische Beugungsfigur. Sie enthält im Negativ neun auswertbare Beugungsmaxima. Neben der Beugungsfigur sind an einer Skizze diejenigen Werte der reziproken Raumfrequenzen des elektronenmikroskopischen Objektes angeschrieben, die nach (20) aus dem Achsenabstand x_B'' der Beugungsmaxima in der Registrierebene bei Auswertung in horizontaler Bildrichtung folgen. Diese Kombination von A-Werten läßt sich bei Δz = +678 nm genau in das Kurvensystem nach (8) einfügen, wie an dem in Abb.8 rechts gezeigten Ausschnitt zu ersehen ist. Die Auswertung in vertikaler Richtung führt, da die Beugungsfigur elliptisch ist, zu einer anderen Kombination von A-Werten, die sich bei Δz = +640 nm in das Kurvensystem einordnet. Das darf allerdings noch nicht als Beweis dafür angesehen werden, daß diese Defokussierungswerte in der Aufnahme wirklich vorliegen. Dazu muß noch gezeigt werden, daß sich alle Aufnahmen der Reihe bei

Berücksichtigung der experimentell vorgegebenen Defokussierungsunterschiede so in das Kurvensystem einfügen (Abschnitt 5.1).

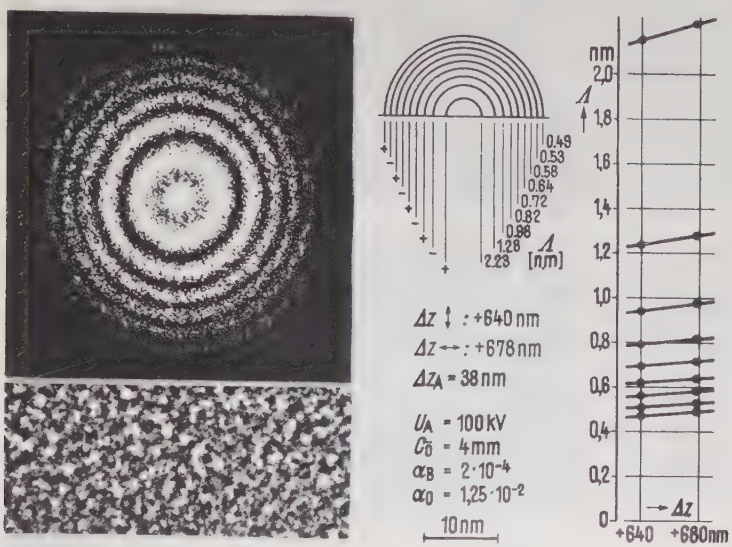


Abb.8 Bildstrukturen einer Kohlefolie und ihre lichtoptische Beugungsfigur. Neben der elektronenmikroskopischen Aufnahme sind Aufnahmedaten und Vergrößerungsmaßstab angegeben. Darüber sind an einer schematischen Darstellung der Beugungsfigur die nach (20) für die horizontale Richtung ermittelten Reziprokwerte Λ der Raumfrequenzen mit Maximalkontrast angeschrieben. Diese Werte fügen sich bei Δz = +678 nm in das rechts im Ausschnitt wiedergegebene Kurvensystem der Abb.4 ein. Die Λ-Werte der vertikalen Bildrichtung kommen bei Δz = +640 nm zur Deckung. Das entspricht einer astigmatischen Defokussierungsdifferenz Δz_A von 38 nm.

4.2.3 Ermittlung der Bandbreiten

Für eine vollständige Beschreibung der Bildstrukturen interessieren nicht nur die Raumfrequenzen mit Maximalkontrast, sondern die insgesamt mit wahrnehmbarem Kontrast zum Bild beitragenden Raumfrequenzen, also die Breite der jeweils übertragenen Bänder. Sie sollte sich aus dem radialen Intensitätsverlauf der Beugungsfiguren angenähert bestimmen lassen.

Abb.9 zeigt links Ausschnitte aus zwei stark unterschiedlich defokussierten Aufnahmen einer Kohlefolie und rechts die lichtoptischen Beugungsfiguren. Beugungsintensität liegt in der oberen Figur für eine einzige breite Zone, in der unteren für mehrere schmale Zonen vor. Da die Zonen deutlich erkennbar begrenzt erscheinen, lassen sich ihren Rändern nach (20) bestimmte

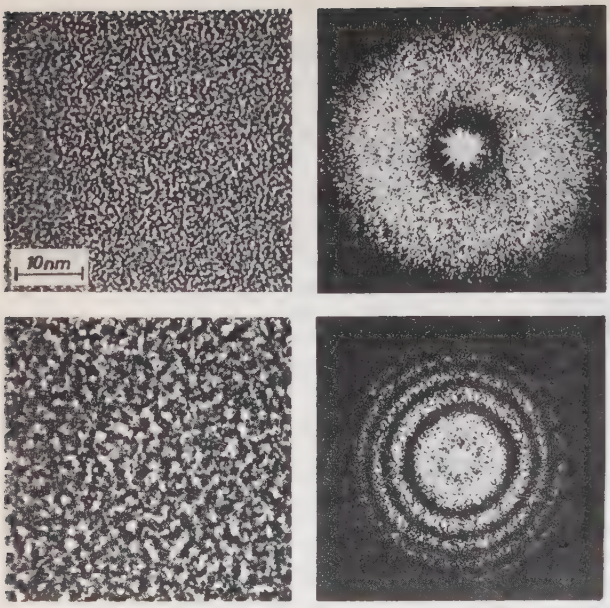


Abb.9 Bildstrukturen einer Kohlefolie und ihre lichtoptischen Beugungsfiguren.
Daten der elektronenmikroskopischen Aufnahmen: Experimentell vorgegebener Defokussierungsunterschied zwischen oberer und unterer Aufnahme: 440 nm; Bestrahlungsapertur $2 \cdot 10^{-4}$; Objektivapertur $1{,}25 \cdot 10^{-2}$.

Λ-Werte zuordnen, die offenbar die Übertragungsgrenzen kennzeichnen. Die so gefundenen Λ-Bereiche werden in ein Diagramm nach Abb.3, von dem Abb.10 einen Ausschnitt zeigt, unter Berücksichtigung ihrer 'Ordnung' eingetragen. Die Übertragungsbereiche

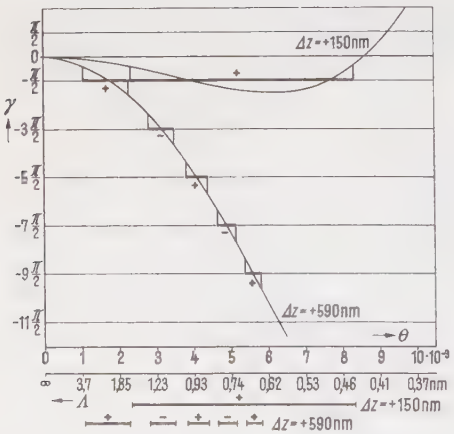


Abb.10 Zur Ermittlung der Bandbreiten. Eingezeichnet sind die Übertragungsbereiche der Aufnahmen von Abb.9 und die Phasenverschiebung γ in Abhängigkeit von θ nach (5) für $\Delta z = +150$ nm und $\Delta z = +590$ nm.

der unteren Aufnahme von Abb.9 werden von der Kurve $\gamma(\theta)$ nach (5) für $\Delta z = +590$ nm durchsetzt. In den Übertragungsgrenzen liegt bei allen Ordnungen eine Abweichung von der optimalen Phasenverschiebung nach (6) um $\gamma \approx 3\pi/10$ vor (senkrechte Geraden in

den Endpunkten der Bereiche). Nach dem experimentell vorgegebenen Defokussierungsunterschied müsste für die obere Aufnahme von Abb.9 $\Delta z = +150$ nm gelten. Die Bandbreite dieser Aufnahme läßt sich dann durch denselben Mechanismus erklären.

Der so gefundene Wert für die zulässige Abweichung von der optimalen Phasenverschiebung wird zwar etwas vom photographischen Prozeß und Material abhängen. Für die vorliegenden Untersuchungen lassen sich jedoch damit Übertragungsgrenzen festlegen, da unter normierten Bedingungen gearbeitet wurde. Anstelle von (6) ist zu setzen:

$$\gamma = (2n - 1 \pm \tfrac{3}{5})\,\pi / 2 \quad , \tag{21}$$

und analog (8) ergibt sich

$$\Lambda = + \lambda \left[\frac{\Delta z}{C_{\ddot{o}}} \pm \left[\left(\frac{\Delta z}{C_{\ddot{o}}} \right)^2 + \frac{(2n - 1 \pm 0{,}6)\lambda}{C_{\ddot{o}}} \right]^{1/2} \right]^{-1/2} \tag{22}$$

als Bestimmungsgleichung für die Raumfrequenzen an der Übertragungsgrenze.

5. Vergleich von Experiment und Theorie

5.1 Defokussierungsabhängigkeit der reziproken Raumfrequenzen

Die Defokussierungsabhängigkeit wurde an zahlreichen Hochauflösungs-Fokussierungsreihen überprüft. Ausschnitte aus 12 der 24 Aufnahmen einer solchen Reihe sind in Abb.11 in lichtoptischer Nachvergrößerung wiedergegeben. Alle Teilbilder zeigen denselben Objektbereich. Ein ca. 30-fach größerer Bereich trug zu den lichtoptischen Beugungsfiguren bei, die daneben angeordnet sind [+]. In den Originalnegativen einiger dieser Beugungsfiguren sind noch zusätzliche auswertbare äußere Ringe enthalten, die auf den Reproduktionen nicht mehr zu erkennen sind.

Die Beugungsfiguren sämtlicher Aufnahmen dieser Reihe wurden in der waagerecht wiedergegebenen Richtung ausgewertet. Aus dem inneren Ring wurden nach (20) die Übertragungsgrenzen und aus den weiteren Ringen die Raumfrequenzen mit Maximalkontrast

---

[+] Auf die Angabe der Beugungslänge wird hier und im folgenden verzichtet. Eine sichere Auswertung ist nur auf dem Originalnegativ möglich.

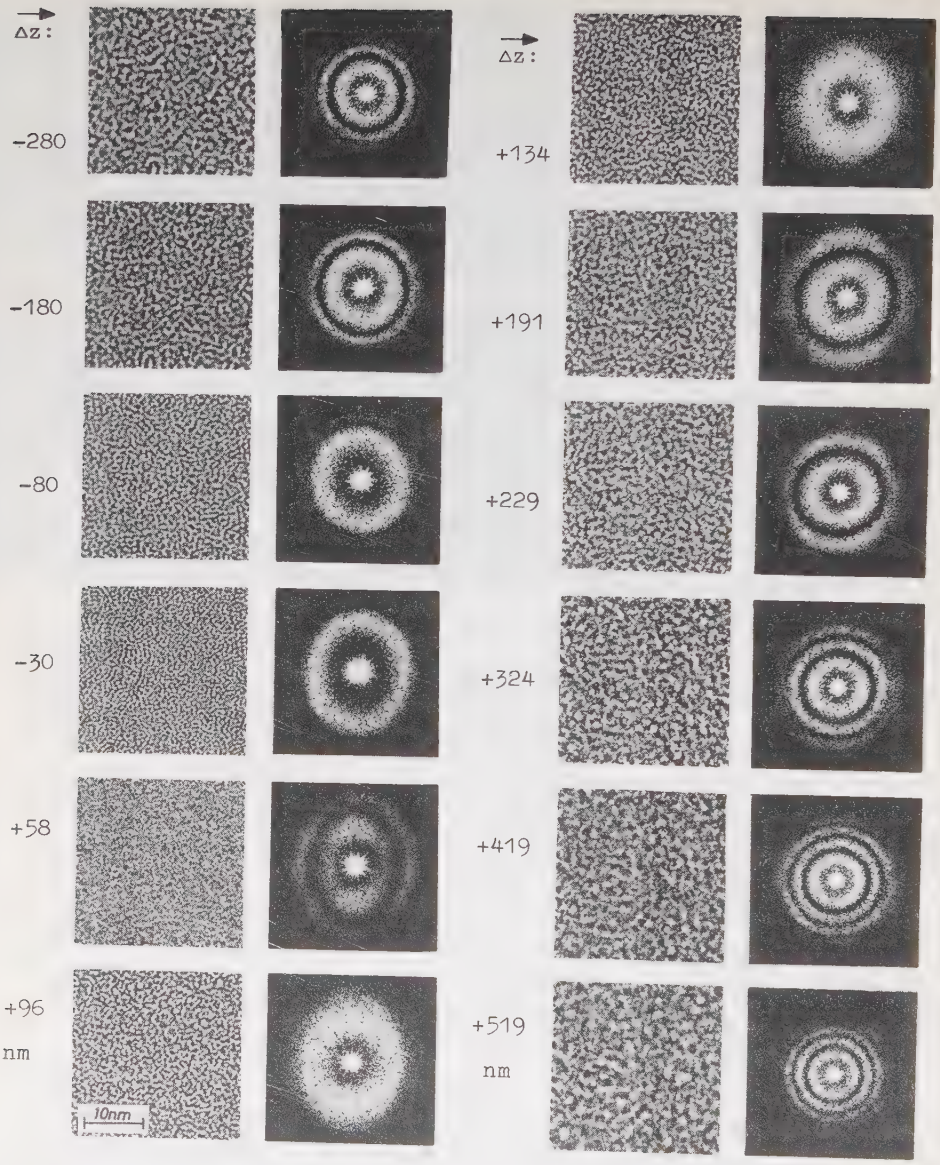


Abb.11 Ausschnitte aus 12 der 24 Aufnahmen einer Fokussierungsreihe an einer dünnen Kohlefolie und die zugehörigen lichtoptischen Beugungsfiguren der Bildstrukturen. Alle Aufnahmen zeigen dieselbe Objektstelle. Die angegebenen Defokussierungswerte Δz gelten für die horizontale Bildrichtung. Für die vertikale Bildrichtung ist eine astigmatische Defokussierungsdifferenz Δz_A=30 nm zu addieren. Aufnahmedaten: λ=3,7·10^{-9} mm (100 kV); Bestrahlungsapertur 6·10^{-4}; Objektivapertur 9,6·10^{-3}; elektronenoptische Vergrößerung 178 000 : 1.

ermittelt. Die gefundenen Kombinationen von Λ-Werten wurden entsprechend den experimentell vorgegebenen Defokussierungsunterschieden dz aufgetragen; sie fügen sich in der in Abb.12 gezeigten Weise in das Kurvensystem nach (8) ein (▲). Die strichpunktiert eingezeichneten Übertragungsgrenzen der Bänder mit n = 0 und n = +1 wurden nach (22) berechnet, die entsprechenden Meßpunkte sind mit Richtungspfeilen versehen. Zusätzlich sind in Abb.12 noch Meßwerte von stärker positiv defokussierten Aufnahmen aus einer anderen Reihe eingetragen (●).

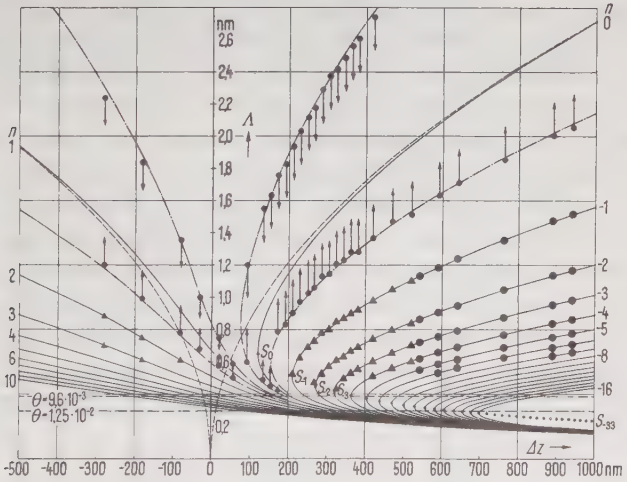


Abb.12 Theoretische Defokussierungsabhängigkeit der reziproken Raumfrequenzen Λ nach (8) (ausgezogene Kurven) und nach (1) (gestrichelte Kurven) für C_S = 4 mm und λ = 3,7·10⁻⁹ mm. Die strichpunktiert eingezeichneten Übertragungsgrenzen der Bänder mit n = 0 und n = +1 wurden nach (22) berechnet. Die eingetragenen Meßwerte geben die experimentell durch Fourieranalyse der Bildstrukturen in Fokussierungsreihen ermittelte Defokussierungsabhängigkeit wieder.

Die Übereinstimmung der experimentellen Werte mit dem Verlauf der theoretischen Kurven ist hier und auch bei den meisten der außerdem ausgewerteten Aufnahmereihen überraschend gut. Vereinzelt beobachtete Abweichungen ließen sich durch Astigmatismusänderungen während der Aufnahmereihe (verschmutzende Objektivaperturblende) erklären. Bei Berücksichtigung der Übertragungsgrenzen wird verständlich, daß bereits bei Δz ≈ +80 nm Λ-Werte

von ≈ 0,8 nm auftreten, die in [51]noch nicht erklärt werden konnten. Die in [53]bei stärker negativen Defokussierungen scheinbar vorliegenden Abweichungen konnten auf rechnerisch falsch angesetzte Objektivstromänderungen zurückgeführt werden.

Die Ergebnisse zeigen, daß mit der in Abschnitt 4.2.2 beschriebenen Methode die absoluten Defokussierungswerte der Aufnahmen gefunden werden, und zwar mit sehr großer Genauigkeit.

5.2 Kontrastumkehr

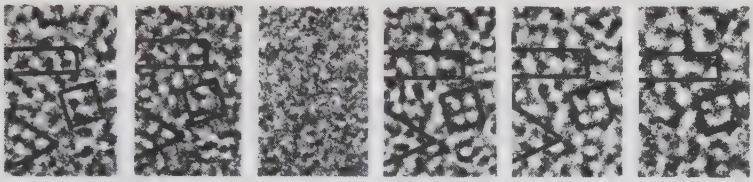
Nach der Theorie zeigen die Kurven der Abb.4 bei geradzahligen Werten von n positiven Maximalkontrast und bei ungeradzahligen n negativen Maximalkontrast an. Der Kontrast wird als positiv bezeichnet, wenn Objektbereiche, die ein höheres inneres Potential aufweisen oder dicker sind als ihre Umgebung, im Bild mit verringerter Intensität, also dunkler wiedergegeben werden. Solche Objektstellen verzögern die Phase der Elektronenwelle stärker als ihre Umgebung; die Phase eilt gegenüber der Umgebung nach. Bereiche mit voreilender Phase erscheinen dagegen im Bild heller. Bei negativem Phasenkontrast ist es umgekehrt: die Objektdetails mit nacheilender Phase werden heller, solche mit voreilender Phase dunkler als ihre Umgebung wiedergegeben. Die Verhältnisse werden allerdings schnell unübersichtlich, wenn positiver und negativer Phasenkontrast gleichzeitig nebeneinander vorliegen.

Mit welchem Kontrastvorzeichen eine bestimmte Raumfrequenz zum Bild beiträgt, hängt nach Abb.4 vom vorliegenden Defokussierungswert ab. Geht man von einem der Δz-Werte, an denen für diese Raumfrequenz Maximalkontrast vorliegt, zum nächsten über, so sollte sich der Kontrast entsprechender Bildstrukturen umkehren.

Die Kontrastumkehr zwischen den Frequenzbändern mit n = 0 und n = +1 konnte an statistischen Strukturen mit Abständen bis herab zu 0,6 nm bereits anläßlich [49]demonstriert werden+). Gleichzeitig zeigten Albert et al. [1]die Kontrastumkehr an 1 nm großen Fremdstoffeinschlüssen in Nickelschichten.

+) Eine Kontrastumkehr an periodischen Strukturen mit Abständen von 8,5 nm zeigten Fert et al. [14].

Abb.13 zeigt unterschiedlich defokussierte Aufnahmen desselben Objektbereiches einer Kohlefolie. Die Abstände der Schwär-



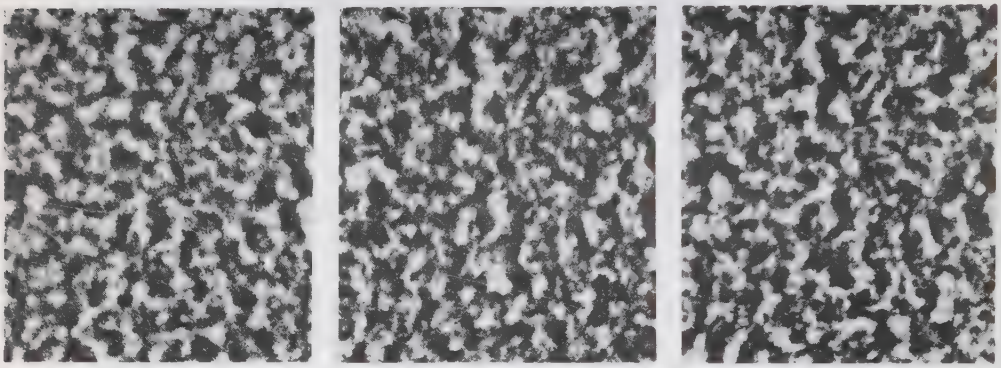
Δz: -76 -37 +21 +116 +155 +214 nm

Abb.13 Kontrastumkehr an Bildstrukturen einer Kohlefolie bei Änderung der Defokussierung Δz. Aufnahmedaten: $\lambda = 3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm; Bestrahlungsapertur $2 \cdot 10^{-3}$; Objektivapertur $9{,}6 \cdot 10^{-3}$; Gesamtvergrößerung 2 250 000 : 1.

zungsextrema in den markierten Gebieten entsprechen Objektdistanzen zwischen 0,7 nm und 1 nm. Nach Abb.12 liegt für solche A-Werte bei den Defokussierungswerten der beiden linken Aufnahmen negativer Phasenkontrast vor (Frequenzband $n = +1$). Dunkle Bilddetails entsprächen demnach voreilender, helle einer nacheilenden Objektphase. Bei $\Delta z = +21$ nm ist auch nach der Theorie für die betrachteten Objektdistanzen kein Kontrast zu erwarten. Bei $\Delta z = +116$ nm ist der Kontrast der Details wieder optimal, aber positiv. Der Schluß auf die Objektphase muß jetzt umgekehrt erfolgen. Bei zunehmender positiver Defokussierung verschlechtert sich der Kontrast der markierten Strukturen erwartungsgemäß wieder.

Bei der eben betrachteten Aufnahmereihe lagen nun besonders übersichtliche Verhältnisse vor. Der Kontrast kleinerer als der ausgewählten Strukturen ist schwach, da eine relativ große Bestrahlungsapertur vorlag. In dem erfassten Defokussierungsbereich trägt deshalb jeweils nur ein einziges Frequenzband merklich zum Bildkontrast bei, und die Zuordnung ist einfach. Meist sind aber mehrere Bänder beteiligt. In Abb.14 zeigen alle drei Teilbilder dieselbe Objektstelle einer Kohlefolie. Das linke und das mittlere Bild sind um etwa den gleichen Betrag unter- bzw. überfokussiert. Theoretisch tragen bei der verwendeten Objektivapertur zur Bildstruktur jeder Aufnahme 18 Frequenzbänder bei, teils mit positivem, teils mit negativem Kontrast. Bei den vorliegenden großen Defokussierungen entsprechen den praktisch beteiligten etwa 10 oberen Bändern auf jeder Seite

von $\Delta z = 0$ dieselben A-Bereiche. Wenn alle Bänder der Kontrastumkehr unterliegen und der gesamte Bildkontrast Phasenkontrast ist, muß die mittlere Aufnahme eine vollständige Kontrastumkehr gegenüber der linken Aufnahme zeigen. Um den Vergleich zu erleichtern, wurde die mittlere Aufnahme photographisch umgekehrt



Δz: -940 +960 +960 (Negativ) nm

Abb.14 Bildstrukturen einer Kohlefolie bei unterschiedlicher Defokussierung Δz. Das rechte Teilbild ist ein photographisches Negativ des mittleren; es zeigt weitgehend den gleichen Schwärzungsverlauf wie das linke Teilbild. Daten: Bestrahlungsapertur $2 \cdot 10^{-4}$; Objektivapertur $9{,}6 \cdot 10^{-3}$; Gesamtvergrößerung 1 500 000 : 1.

und so als rechtes Teilbild wiedergegeben. Der Schwärzungsverlauf stimmt mit dem des linken Teilbildes weitgehend überein. Damit ist gezeigt, daß auch die höher indizierten Bänder der Kontrastumkehr unterliegen.

5.3 Axialer Astigmatismus

Da sich ideal runde Polschuhbohrungen nicht herstellen lassen und kleine Inhomogenitäten des Polschuhmaterials unvermeidlich sind, erzeugen elektromagnetische Objektive von vornherein astigmatische Defokussierungsdifferenzen von mehreren hundert nm. Diese Werte können mittels eines Stigmators unter visueller Beobachtung des Fokussierungsverhaltens Fresnelscher Beugungssäume oder von Bildstrukturen selten besser als auf 100 nm bis 50 nm reduziert werden. Hierdurch kann die Phasenkontrast-Bildstruktur gegenüber der stigmatischen Abbildung noch erheblich verfälscht werden.

Zunächst wurde geprüft, ob die Beziehung (17) den Einfluß eines axialen Astigmatismus 1.Ordnung richtig beschreibt.

Hierzu wurde eine astigmatische Defokussierungsdifferenz Δz_A durch Verstellen des Stigmators bewußt erzeugt. Die gemessene astigmatische Stromdifferenz des Objektivs entsprach einem Δz_A von 364 nm. Dieser ziemlich hohe Wert wurde gewählt, um die experimentell vorgegebene Defokussierungsdifferenz mit einem möglichst geringen relativen Fehler angeben zu können. Abb.15 zeigt eine Aufnahme aus einer unter diesen Bedingungen angefertigten Fokussierungsreihe an einer Kohlefolie. Die Bildstruktur erscheint stark gestört, sie enthält aber trotzdem getrennte Details mit objektbezogenen Abständen bis unter 0,5 nm+).

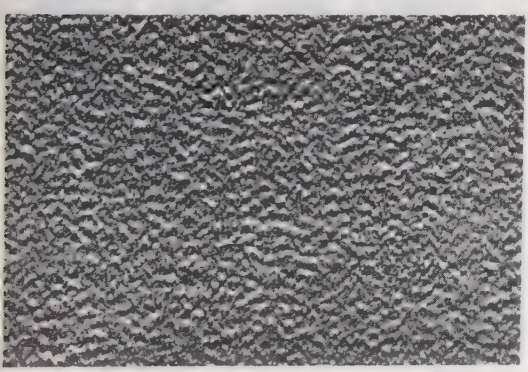


Abb.15 Bildstrukturen einer Kohlefolie bei stärker astigmatischer Abbildung. Astigmatische Defokussierungsdifferenz 364 nm (Δz_1 = -6 nm; Δz_2 = + 358 nm). Bestrahlungsapertur $6 \cdot 10^{-4}$; Objektivapertur $9{,}6 \cdot 10^{-3}$; Gesamtvergrösserung 1 000 000 : 1.

Die lichtoptische Beugungsfigur der Bildstrukturen ist in Abb.16 wiedergegeben, sie ist gegenüber den bisher gezeigten Figuren stark entartet. Aus ihr wurde nun lediglich der Defokussierungswert einer Hauptrichtung zu Δz_1 = +358 nm entnommen (eine andere Möglichkeit, einen Defokussierungswert mit der erforderlichen Genauigkeit zu ermitteln, gibt es bisher nicht). Mit diesem Wert und der vorgegebenen astigmatischen Defokussierungsdifferenz Δz_A läßt sich mittels (13), (14) und (17) berechnen, in welchen Gebieten der Beugungsebene merkliche Beugungsintensität auftreten sollte, wenn lediglich axialer Astigmatismus 1.Ordnung vorliegt. Gleichung (17) wird dazu durch einen Zusatzterm für die Bandbreite analog (22) ergänzt. In Abb.17 ist $1/\Lambda(\alpha)$ für $\Lambda \geq 0{,}5$ nm wiedergegeben; für die Rechnung wurde α in der ergänzten Gleichung (17) in Schritten von 5° im Bereich von -45° bis $+45^\circ$ variiert, der Rest der Figur ergibt

---

+) Bei geometrisch-optischer Betrachtung führt die vorliegende astigmatische Defokussierungsdifferenz zu einem Astigmatismus-Fehlerscheibchen von etwa 2 nm Ø.

sich durch Spiegelung. Die berechnete Figur stimmt mit der experimentellen befriedigend überein, natürlich tritt bei letzterer ein Intensitätsabfall nach außen auf.

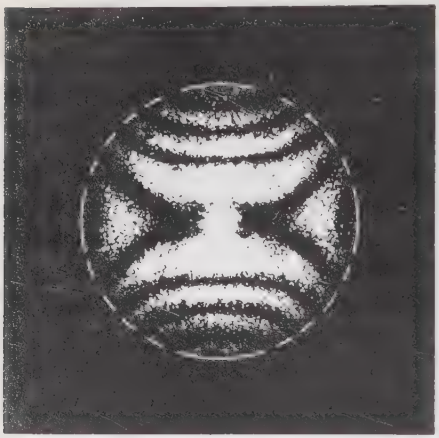


Abb.16 Lichtoptische Beugungsfigur der Bildstrukturen von Abb.15. Innerhalb des eingezeichneten Kreises liegt die Beugungsintensität der reziproken Raumfrequenzen $\Lambda \geq 0{,}5$ nm.

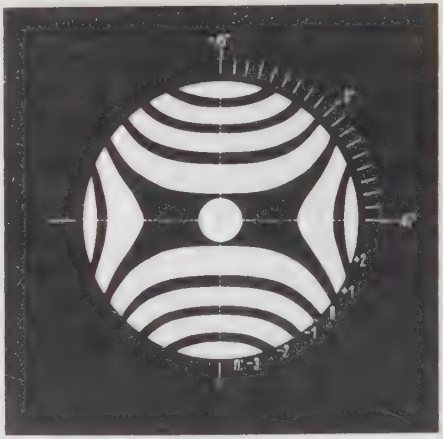


Abb.17 Nach (17) (ergänzt durch einen Term für die Bandbreite analog (22)) mit Δz_A = 364 nm und Δz_M = +176 nm berechnete Bereiche (weiß) für nichtverschwindende Beugungsintensität. Die Darstellung ist auf $\Lambda \geq 0{,}5$ nm beschränkt.

Gleichung (17) beschreibt also die azimutale Abhängigkeit der Raumfrequenzen bei axialem Astigmatismus 1.Ordnung richtig. Damit besteht die Möglichkeit, gegebenenfalls zusätzlich vorhandene richtungsabhängige Abbildungsstörungen durch Vergleich der experimentellen und der berechneten Fourier-Transformierten der Bildstrukturen zu erkennen.

Der unsymmetrische Verlauf der Kurven für Maximalkontrast bzw. der Frequenzbänder zu Δz = 0 (Abb.4 bzw. 19) und die Kontrastumkehr bedingen, daß sich eine bestimmte astigmatische Defokussierungsdifferenz an verschiedenen Stellen des Defokussierungsbereiches unterschiedlich auswirkt. Besonders ungünstige Verhältnisse können sich im Gebiet zwischen Δz = 0 und dem Scheitel S_o ergeben. Abb.18 zeigt in der oberen Reihe Ausschnitte aus zwei unterschiedlich defokussierten Aufnahmen einer Kohlefolie. Das linke Bild erscheint bei visueller Betrachtung nicht astigmatisch, während das rechte eine deutliche Vorzugsorientierung zeigt. Aus den darunter angeordneten Beugungs-

figuren folgte, daß in beiden Aufnahmen eine astigmatische Defokussierungsdifferenz Δz_A = 88 nm vorliegt. Wie oben erwähnt, läßt sich der Astigmatismus meist nicht wesentlich besser korrigieren. Der Einfluß dieses Astigmatismus auf die Bildstrukturen

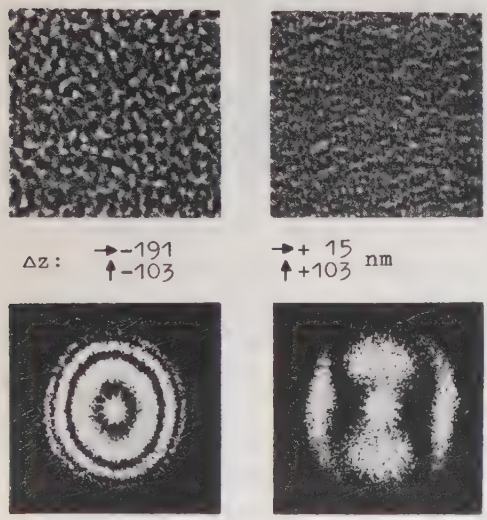


Abb.18 Bildstrukturen einer Kohlefolie bei verschiedenen Defokussierungen Δz und ihre lichtoptischen Beugungsfiguren. Δz_A = 88 nm; Bestrahlungsapertur $4 \cdot 10^{-4}$; Objektivapertur $9{,}6 \cdot 10^{-3}$; Gesamtvergrößerung 1500000:1.

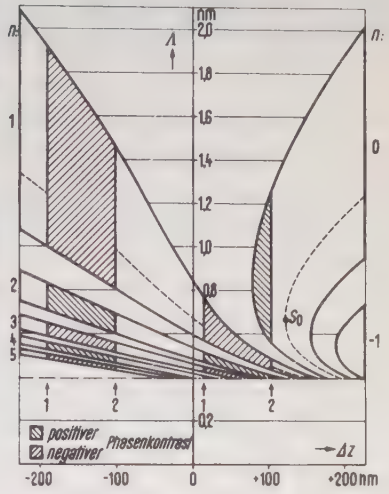


Abb.19 Zur Diskussion von Abbildung 18. Erläuterungen im Text.

wird an der Darstellung in Abb.19 diskutiert: Hier sind die Frequenzbänder nach (22) für n = +5 bis n = -1 eingezeichnet, für n = 0 und n = -1 außerdem gestrichelt die Kurven für Maximalkontrast. Die linken Berandungen der schraffierten Gebiete kennzeichnen diejenigen Bereiche der reziproken Raumfrequenzen, die die in den Aufnahmen der Abb.18 jeweils in der horizontalen Richtung enthalten sind. Beim Übergang zur vertikalen Bildrichtung verschieben sich die Übertragungsbereiche bis zur rechten Berandung der schraffierten Gebiete. Die Schraffur ist für positiven und für negativen Kontrast unterschiedlich gewählt. Man entnimmt dem Diagramm, daß in der rechten Aufnahme der Abb.18 reziproke Raumfrequenzen $\Lambda \approx 0{,}6$ bis 0,8 nm in der horizontalen Bildrichtung mit negativem und in der vertikalen Richtung mit positivem Kontrast enthalten sein müssen [+]. In einem dazwischenliegenden Winkelbereich (etwa um die Bilddiagonale)

[+] Fußnote s.S.34

fehlen diese Λ-Werte völlig. Letzteres ist auch an der Beugungsfigur deutlich zu erkennen.

Betrachtet man ein astigmatisches Bild bei schwacher Defokussierung auf dem Leuchtschirm, so erscheinen die Strukturen bevorzugt in eine bestimmte Richtung orientiert. Beim Durchfokussieren klappt die Vorzugsrichtung um 90° um. Bei einer mittleren Einstellung ergibt sich eine parkettähnliche Strukturierung [43]. Es wird häufig angenommen, daß diese Einstellung dem Defokussierungswert $\Delta z = 0$, also der Abbildung der Objektebene, entspricht. Das ist aber nur bei starkem Astigmatismus ($\Delta z > 200$ nm) annähernd richtig. Bei geringerem Astigmatismus verschiebt sich der entsprechende Defokussierungswert in Richtung des Scheitels S_o.

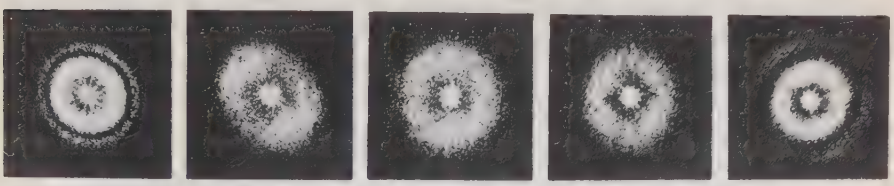
Bei gut korrigiertem Astigmatismus wird statt der gekreuzten Strukturrichtungen auf dem Leuchtschirm ein sogenanntes Kontrastminimum beobachtet. Es tritt in einem Defokussierungsbereich auf, in dem die Bedingung für Maximalkontrast nur noch für so kleine Werte erfüllt ist, daß die entsprechenden Bildstrukturen wegen unzureichender Gesamtvergrößerung auf dem Leuchtschirm visuell nicht mehr erkennbar sind oder wegen anderer Abbildungsstörungen keinen ausreichenden Kontrast mehr aufweisen. Aus Abb.19 läßt sich ablesen, daß dieses Kontrastminimum einem Defokussierungswert entspricht, der etwa in der Mitte zwischen $\Delta z = 0$ und dem Scheitel S_o liegt. Das muß berücksichtigt werden, wenn man sich beim Mikroskopieren an der Lage des Kontrastminimums orientieren will.

Den Einfluß eines sehr geringen Astigmatismus auf die Bildstrukturen lassen die in Abb.20 wiedergegebenen lichtoptischen Beugungsfiguren erkennen. Die Defokussierungswerte der zugehörigen elektronenmikroskopischen Aufnahmen sind unter den Beugungsfiguren angegeben, sie gelten jeweils in der bezeichneten Diagonalenrichtung. Die astigmatische Defokussierungsdifferenz betrug nur 30 nm. Die zu beobachtende Richtungsabhängigkeit der Beugungsintensität kann durch Vergleich mit den Kurven in Abb.19 verstanden werden. Die mittlere Figur ist annähernd rotationssymmetrisch; in dem erfassten Gebiet unmittelbar hinter dem Scheitel S_o ändern sich die Übertragungsbereiche relativ

---

Fußnote zu S. 33:
+) Der Kontrast vertikal orientierter Strukturen in der rechten Aufnahme von Abb.18 ist schwach, da - wie sich in Abb.19 ablesen läßt - für keinen Λ-Wert Maximalkontrast erreicht wird.

schwach mit der Defokussierung. Hier liegen also auch hinsichtlich der Auswirkung eines geringen Astigmatismus besonders günstige Bedingungen vor.



Δz:	-150 -180	+130 +100	+150 +120	+170 +140	+230 +200	nm

Abb.20 Lichtoptische Beugungsfiguren von Aufnahmen einer Kohlefolie bei unterschiedlichen Defokussierungen Δz, jedoch gleichbleibender astigmatischer Defokussierungsdifferenz Δz_A = 30 nm.

5.4 Bestrahlungsapertur

Bei der theoretischen Betrachtung (Abschnitt 2) wurde eine verschwindende Bestrahlungsapertur ($\alpha_B \to 0$), also eine punktförmige Quelle vorausgesetzt. Im Experiment konnte aus Intensitätsgründen (vgl.(18)) die Bestrahlungsapertur nicht kleiner als $\alpha_B = 2 \cdot 10^{-4}$ gewählt werden, andernfalls ergaben sich zu lange Belichtungszeiten. Als Maximalwert ließ sich $\alpha_B = 2 \cdot 10^{-3}$ einstellen.

Es ist üblich, den Einfluß einer endlichen Bestrahlungsapertur mittels der Kohärenzbedingung für ausgedehnte Lichtquellen abzuschätzen [5,34,31]. Danach dürfen Objektdetails mit geringerem Abstand als

$$d \approx \lambda / \pi \alpha_B \qquad (23)$$

als effektiv kohärent bestrahlt angesehen werden. Mit der Elektronenwellenlänge $\lambda = 3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm ergibt sich $d \approx 0{,}6$ nm für $\alpha_B = 2 \cdot 10^{-3}$ bzw. $d \approx 6$ nm für $\alpha_B = 2 \cdot 10^{-4}$. Danach sollte bei $\alpha_B \leq 5 \cdot 10^{-4}$ für Objektdetails der hier interessierenden Abstände die geforderte kohärente Bestrahlung vorliegen.

Es muß jedoch darauf hingewiesen werden, daß die Kohärenzbedingung (23) im hier vorliegenden Fall defokussierter Abbildung durch eine Linse mit Öffnungsfehler den Einfluß einer endlichen Bestrahlungsapertur nicht ausreichend erfasst. Das läßt sich unter Verwendung von Abb.3 diskutieren: Die Beugungsord-

nungen jeder reziproken Raumfrequenz besitzen eine endliche Breite, die einem Winkelbereich von ungefähr $2\alpha_B$ entspricht. Wenn innerhalb dieses Bereiches die Phasenbeeinflussung durch Öffnungsfehler und Defokussierung stark variiert, wird der Kontrast für die betreffende Raumfrequenz zerstört. Die zulässige Bestrahlungsapertur hängt, wie Abb.3 erkennen läßt, von der Defokussierung ab. Erwartungsgemäß beeinflusste eine Erhöhung der Bestrahlungsapertur von $2 \cdot 10^{-4}$ auf $2 \cdot 10^{-3}$ bei $\Delta z = +150$ nm die Bildstrukturen nur wenig, bei einem Defokussierungswert von z.B. $\Delta z = +510$ nm wurde dagegen der Kontrast für hohe Raumfrequenzen durch dieselbe Maßnahme völlig zerstört (Abb.21).

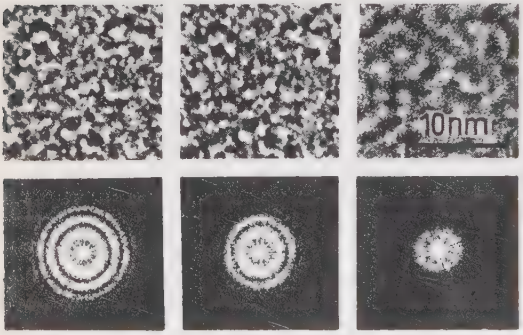


Abb.21 Aufnahmen desselben Bereiches einer Kohlefolie bei unterschiedlicher Bestrahlungsapertur α_B und die lichtoptischen Beugungsfiguren der Bildstrukturen. Defokussierung $\Delta z = +510$ nm; Objektivapertur $1{,}25 \cdot 10^{-2}$.

α_B: $2 \cdot 10^{-4}$ $8 \cdot 10^{-4}$ $2 \cdot 10^{-3}$

5.5 Objektivaperturbegrenzung

Phasenkontrast entsteht, wenn sich die ± 1.Beugungsordnungen einer Raumfrequenz nach geeigneter Phasenbeeinflussung mit der ungebeugten Primärwelle in der Bildebene überlagern. Die annähernd in der hinteren Objektivbrennebene angeordnete Aperturblende vom Radius r beschränkt den zugelassenen Winkelbereich auf den Wert $\theta_{max} = r / f = \alpha_o$ (vgl. Abb.2) und legt damit wegen (2) auch eine theoretische Grenze für die am Phasenkontrast beteiligten Raumfrequenzen fest. Unter Berücksichtigung von (3) können demnach nur reziproke Raumfrequenzen

$$\Lambda \geq \lambda f / r \qquad (24)$$

zum Bildkontrast beitragen.

Das läßt sich im Experiment bestätigen. In Abb.22 sind annähernd gleich defokussierte Aufnahmen aus zwei verschiedenen Aufnahmereihen untereinandergestellt. Die obere Reihe wurde mit einer Objektivapertur $\alpha_o = 9{,}6 \cdot 10^{-3}$ angefertigt (f = 2,6 mm;

r = 25 µm). Mit $\lambda = 3{,}7 \cdot 10^{-9}$ mm folgt aus (24): $\Lambda \geq 0{,}38$ nm. Alle Teilbilder der Reihe enthalten Strukturen mit Abständen bis herab zu ungefähr 0,4 nm. Für die untere Reihe wurde eine Objektivapertur $\bar{\alpha}_0 = 3{,}8 \cdot 10^{-3}$ gewählt (r = 10 µm); aus (24) folgt: $\Lambda \geq 0{,}96$ nm. Die Übertragungsgrenze liegt somit bei einem Wert, der sonst regelmäßig weit unterschritten wurde. Auf keiner der Aufnahmen treten jedoch Strukturen mit Abständen merklich unter 1 nm auf. Bei dem Defokussierungswert der mittle-

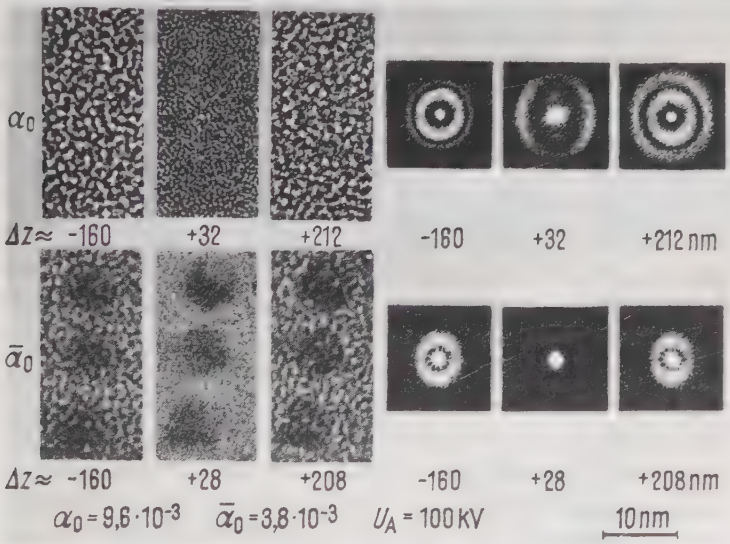


Abb.22 Zum Einfluß der Objektivaperturbegrenzung.
Linke Bildhälfte: Bildstrukturen einer Kohlefolie bei unterschiedlichen Objektivaperturen α_0 und $\bar{\alpha}_0$, aber annähernd gleichen Defokussierungen Δz. Die Objektstelle der unteren Aufnahmereihe zeigt zusätzlich drei Ferritin-Moleküle. Gesamtvergrößerung 1 000 000 : 1.
Rechte Bildhälfte: Lichtoptische Beugungsfiguren der Bildstrukturen.

ren Aufnahme ist nach Abb.12 Kontrast nur für den Bereich $\Lambda \approx 0{,}6$ nm bis 0,8 nm zulässig. Der Phasenkontrast geht deshalb hier gegen Null. Die Befunde werden durch die rechts wiedergegebenen lichtoptischen Beugungsfiguren objektiv voll bestätigt. In den Figuren der unteren Reihe tritt für $\Lambda < 1$ nm keine Beugungsintensität mehr auf.

Die auf den Aufnahmen der unteren Reihe abgebildete Stelle der Kohlefolie zeigt außerdem drei Ferritin-Moleküle, die den Effekt des verschwindenden Phasenkontrastes verdeutlichen sollen. Wegen ihres Fe-Gehaltes und ihrer Größe (≈ 5 nm Ø) zeigen sie ausreichenden Streuabsorptionskontrast, der sich im

betrachteten Defokussierungsbereich relativ wenig mit Δz ändert. Durch geeignete Wahl von Defokussierung und Objektivapertur lassen sich also Phasenkontrast und Streuabsorptionskontrast trennen, was für manche Untersuchungen erwünscht ist.

6. Folgerungen für die Praxis

Es darf als bestätigt angesehen werden, daß die Bildstrukturen durch den in Abschnitt 2 angesetzten Phasenkontrastmechanismus zustande kommen. Bildkontrast wird demnach immer nur für bestimmte diskrete Bänder der Raumfrequenzen des Objektes erreicht.In derselben Aufnahme liegen i.a. positiver und negativer Phasenkontrast nebeneinander vor, und außerdem besteht eine Richtungsabhängigkeit infolge axialen Astigmatismus. Der Kontrast hoher Raumfrequenzen wird meist auch noch von sekundären Fehlern, wie Farbfehler, Inkonstanzfehler, Objekt- und Bildbewegungen beeinflußt sein.Der Schluß vom Bild auf ein unbekanntes Objekt ist also im Hochauflösungsgebiet auch bei Kenntnis der theoretischen Zusammenhänge äußerst schwierig. Es ist ohne weiteres einzusehen, daß eine einzelne Aufnahme für die Bilddeutung nicht mehr ausreicht. Erst wenn mehrere, geeignet unterschiedlich defokussierte Aufnahmen zur Verfügung stehen und mit einer Abbildungscharakteristik nach Abb.4 verglichen werden können, besteht Aussicht, den wahren Verlauf der Objekteigenschaften zu ermitteln.

Den Praktiker interessiert, welche Defokussierungswerte für die hochauflösende Abbildung unter den heutigen Bedingungen zweckmäßigerweise anzustreben sind. Das soll an Hand von Abb.23 und Abb.24 diskutiert werden: Abb.23 zeigt in der oberen Reihe Bildstrukturen von Aufnahmen bei vier besonderen Defokussierungswerten. Die Aufnahmen wurden aus einer Reihe von 24 Aufnahmen mittels ihrer darunter gezeigten lichtoptischen Beugungsfiguren ausgewählt. Der linken Aufnahme entspricht in vertikaler Bildrichtung die Defokussierung $\Delta z = 0$; die Defokussierungswerte der weiteren Aufnahmen erfassen die Scheitel S_0, S_{-1} bzw. S_{-2}. In Abb. 24 sind die A-Bereiche, die bei den genannten Defokussierungswerten jeweils mit wahrnehmbarem Kontrast zum Bild beitragen bzw. nach (22) zulässig sind, dargestellt. Schwarze Säulen bedeuten positiven, weiße Säulen negativen Phasenkontrast. Die gestrichelte Senkrechte markiert die Übertragungsgrenze bei

einer Objektivapertur $\alpha_o = 9{,}6 \cdot 10^{-3}$.

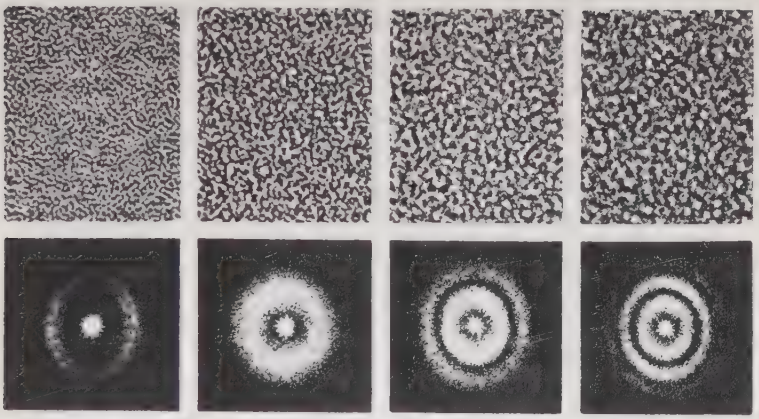


Abb.23 Vergleich der Bildstrukturen einer Kohlefolie bei $\Delta z = 0$ und bei Defokussierungswerten in der Nähe der Scheitel S_o, S_{-1} und S_{-2}. Objektivapertur $9{,}6 \cdot 10^{-3}$; Bestrahlungsapertur $6 \cdot 10^{-4}$; Gesamtvergrößerung 1 000 000 : 1. Die untere Reihe zeigt die lichtoptischen Beugungsfiguren dieser Bildstrukturen.

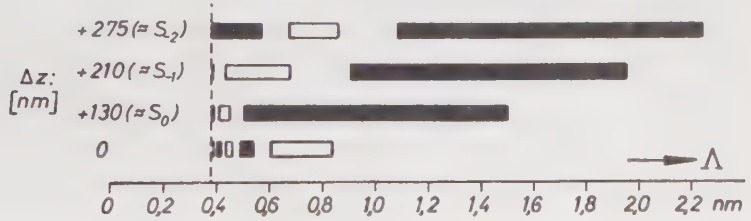


Abb.24 Vergleich der zum Kontrast in den Aufnahmen der Abb.23 beitragenden Λ-Bereiche. Erläuterungen im Text.

Die fokussierte Abbildung ($\Delta z = 0$) ist demnach unzweckmäßig. Lediglich für $\Lambda \approx 0{,}6$ nm bis 0,8 nm wird ausreichender Phasenkontrast (negativ) erreicht. Die weiteren, sehr schmalen Frequenzbänder tragen wenig zum Bildkontrast bei, wie an der Beugungsfigur zu erkennen ist. Wesentlich günstigere Verhältnisse liegen bei einem Defokussierungswert in der Nähe des Scheitels S_o vor, d.h. bei $\Delta z = +(\lambda C_S)^{1/2}$. Dieser Wert entspricht dem 'Optimalfokus' nach Scherzer [45]. Bei geeignet verringerter

Objektivapertur entsteht einheitlich positiver Phasenkontrast, und zwar für $\Lambda \approx 0{,}5$ nm bis 1,5 nm. Wie in Abb.20 gezeigt wurde, wird hier auch der Einfluß eines geringen Restastigmatismus vernachlässigbar klein, so daß auch aus diesem Grund optimale Verhältnisse für die Bildinterpretation bestehen. Wenn allerdings noch höhere Raumfrequenzen übertragen werden sollen, muß eine stärker positive Defokussierung gewählt werden. Bei den Scheiteldefokussierungen $\Delta z(S_{-1})$ und $\Delta z(S_{-2})$ wird guter Kontrast für kleinere Λ-Werte erreicht, wie an den Bildstrukturen deutlich zu erkennen ist. Allerdings treten dann positiver und negativer Kontrast nebeneinander im Bild auf. Die 2. und die 4. Aufnahme der Abb.23 liefern nach Abb. 24 bereits alle Informationen über einen Λ-Bereich von 0,4 nm bis 2,3 nm. Noch stärkere Defokussierungen sind unter den heutigen experimentellen Voraussetzungen kaum sinnvoll anwendbar, weil die Bildauswertung zu kompliziert wird.

Eine Bilddeutung ist überhaupt nur dann möglich, wenn die absoluten Defokussierungswerte der Aufnahmen genau bekannt sind, und zwar für jede Richtung im Bild. Mit der Diffraktometerauswertung steht hierfür jetzt eine sehr leistungsfähige Methode zur Verfügung, die grundsätzliche Bedeutung für das praktische Arbeiten im Hochauflösungsgebiet besitzt. Es wurde deutlich, daß die Fouriertransformierte eines Phasenkontrastbildes - also hier die lichtoptische Beugungsfigur - wesentliche Informationen über die Aufnahme schnell und mit sehr großer Genauigkeit vermitteln kann. Die beim Auswerten der Beugungsfiguren und dem Einordnen in die Übertragungscharakteristik gewonnenen Erfahrungen berechtigen zu der Annahme, daß sich die Defokussierungswerte zumindest solcher Aufnahmen, die mehrere erfassbare Raumfrequenzbänder enthalten, auf etwa ± 2 nm genau angeben lassen (zumindest können die aus den lichtoptischen Beugungsfiguren folgenden Λ-Kombinationen mit dieser Genauigkeit einem Δz-Wert des Kurvensystems zugeordnet werden). Natürlich wird die Genauigkeit auch von der axialen Ausdehnung des Objektes beeinflußt. Eine astigmatische Defokussierungsdifferenz läßt sich bis herab zu etwa 10 nm quantitativ angeben. Qualitativ kann jedoch an der Unrundheit der Beugungsfigur ein noch erheblich geringerer Astigmatismus erkannt werden. Durch photographische Kontrolle des Fokussierungsverhaltens Fresnelscher Beugungssäume im elektronenmikroskopischen

Bild konnten nach Haine u. Mulvey [17] bisher bestenfalls astigmatische Defokussierungsdifferenzen bis herab zu etwa 50 nm nachgewiesen werden. Für die Angabe von Defokussierungswerten bestand bei bisherigen Methoden eine Unsicherheit von mindestens ± 75 nm, meist jedoch erheblich mehr.

Mit dem Diffraktometer können noch weitere Bildstörungen, die hier nicht näher besprochen werden, erkannt werden. So läßt sich an der Beugungsfigur z.B. ablesen, ob eine merkliche Bilddrift vorlag oder ob die Objektivaperturblende dezentriert war. Die Auswirkungen einer schrägen Objektbeleuchtung lassen sich gut erfassen [+], und es ist eine objektive Auswertung von Auflösungstestaufnahmen [34,50] möglich, bei der sich das Ergebnis nicht nur auf wenige Bilddetails stützt. Bei den in naher Zukunft zu erwartenden Versuchen, das Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskops durch den Einsatz von Zonenplatten nach Hoppe [26,27,33] zu verbessern, dürfte sich die Wirkungsweise solcher Platten durch Abbildung amorpher Objekte und anschließende Diffraktometerauswertung der Bildstrukturen gut studieren lassen.

Ideal wäre es natürlich, wenn man direkt eine Raumfrequenzanalyse des Elektronenbildes im Elektronenmikroskop v o r der Aufnahme durchführen könnte. Dann ließe sich ein gewünschter Defokussierungswert an den auftretenden Raumfrequenzen erkennen und gezielt einstellen; auf dieser Basis wäre auch eine Astigmatismuskorrektur durchführbar. Eine solche Analyse könnte vielleicht auch an Zeitfrequenzen vorgenommen werden, in die die Raumfrequenzen des Bildes zunächst zu transformieren wären.

7. Zusammenfassung

Es wurde das Defokussierungsverhalten der Bildstrukturen in elektronenmikroskopischen Hochauflösungsaufnahmen dünner amorpher Objekte untersucht. Für eine theoretische Behandlung wurde die örtliche Potentialverteilung im Objekt in Fourierkomponenten mit den Raumfrequenzen Λ zerlegt und die Phasenverschiebung der ± 1. Beugungsordnungen solcher Komponenten gegenüber der Primärwelle infolge Öffnungsfehler und Defokussierung des Ob-

---

[+] Hierüber ist eine gesonderte Veröffentlichung in Vorbereitung.

jektivs berechnet. Die Resultate führten zu der Annahme, daß maximaler Phasenkontrast im Bild jeweils für diejenigen Raumfrequenzen entsteht, deren ±1. Beugungsordnungen eine Phasenverschiebung um ± π/2 oder ungeradzahlige Vielfache hiervon erfahren haben. Hierfür wurde eine Übertragungscharakteristik des Objektivs berechnet; sie zeigt, daß Maximalkontrast nur für diskrete Raumfrequenzen in einer für den jeweiligen Defokussierungswert typischen Kombination erreicht werden kann. Wahrnehmbarer Kontrast ist also für selektive Frequenzbänder zu erwarten. Aus der Theorie folgt weiter, daß benachbarte Bänder mit Kontrast entgegengesetzten Vorzeichens übertragen werden. Die Objektivaperturblende legt in dieser Betrachtungsweise eine theoretische Übertragungsgrenze für die Raumfrequenzen fest. Da in der Praxis immer mit axialem Astigmatismus gerechnet werden muß, wurde auch eine dadurch zu erwartende azimutale Abhängigkeit der übertragenen Raumfrequenzen berechnet.

Die theoretischen Aussagen wurden am Verhalten der Bildstrukturen in feingestuften Fokussierungsreihen an dünnen Kohlefolien überprüft und voll bestätigt. Da die interessierenden Raumfrequenzen überwiegend im Gebiet der äußersten Leistungsgrenze heutiger Elektronenmikroskope liegen, waren die experimentellen Voraussetzungen nur durch eine besondere Betriebsweise des Mikroskops zu erfüllen, die in gesonderten Versuchen ermittelt wurde. Die in die Aufnahmen übertragenen Raumfrequenzen wurden durch eine lichtoptische Fourieranalyse der Schwärzungsverteilung des elektronenmikroskopischen Negativs bestimmt. Die hierfür verwendete Anordnung erwies sich als von grundsätzlicher Bedeutung für die Hochauflösungsmikroskopie. Die absoluten Defokussierungswerte der Aufnahmen und vorliegende astigmatische Defokussierungsdifferenzen konnten mit einer um eine bis zwei Zehnerpotenzen höheren Genauigkeit, als es bisher bekannte Methoden gestatteten, angegeben werden. Die Einflüsse eines axialen Astigmatismus 1.Ordnung wurden an experimentellen Beispielen demonstriert, ebenso die Abhängigkeit des Kontrastes hoher Raumfrequenzen von der Bestrahlungsapertur. Weitere Experimente bestätigten die von der Theorie geforderte Kontrastumkehr und den Einfluß der Objektivaperturbegrenzung. Abschließend wurden die Folgerungen für das praktische Arbeiten im elektronenmikroskopischen Hochauflösungsgebiet diskutiert.

Die Untersuchungen zur vorliegenden Arbeit wurden im Laboratorium für Elektronenmikroskopie der Siemens AG durchgeführt. Herrn Dr. K.-H. Herrmann bin ich für wertvolle Diskussionen zu Dank verpflichtet. Frl. S. Schindler danke ich für ihre unermüdliche Hilfe bei der Auswertung des umfangreichen elektronenmikroskopischen Aufnahmematerials.

Mein besonderer Dank gilt auch Herrn Prof. Dr. F. Lenz, Tübingen, für sein förderndes Interesse an dieser Arbeit und für eine kritische Durchsicht des Manuskriptes.

8. Literaturverzeichnis

1 L. Albert, R. Schneider u. H. Fischer, Z. Naturforschg. 19a (1964) 1120

2 L. Albert, Optik 24 (1966/67) 18

3 H. Boersch, Z. Naturforschg. 2a (1947) 615

4 H. Boersch, Z. Phys. 139 (1954) 115

5 M. Born u. E. Wolf, Principles of Optics, Pergamon Press 1965

6 B. v. Borries, Z. Naturforschg. 4a (1949) 51

7 B. v. Borries u. F. Lenz, El. Microscopy, Stockholm 1956, S.60

8 D. E. Bradley, Brit. J. Appl. Phys. 5 (1954) 65

9 A. C. van Dorsten u. F. Premsela, El. Microscopy, Kyoto 1966, Band 1, S. 21

10 A. C. van Dorsten u. F. Premsela, J. Microscopie 3 (1964) 21

11 C. B. Eisenhandler u. B. M. Siegel, J. Appl. Phys. 37 (1966) 1613

12 A. Engel, G. Koppen u. O. Wolff, El. Microscopy, Philadelphia 1962, Band 1, E-13

13 H. Fernandez-Moran, El. Microscopy, Kyoto 1966, Band 1, S.13

14 C. Fert, El. Microscopy, Delft 1960, S. 18

15 B. Haenecke u. F. Thon, Siemens-Zeitschrift 39 (1965) 1112

16 M. H. Hahn, Z. Naturforschg. 20a (1965) 487

17 M. E. Haine u. T. Mulvey, J. Sci. Instr. 31 (1954) 326

18 M. E. Haine, J. Sci. Instr. 34 (1957) 9

19 K.-J. Hanßen, B. Morgenstern u. K.-J. Rosenbruch, Z. Angew. Phys. 16 (1964) 477

20 K.-J. Hanßen u. B. Morgenstern, Z. Angew. Phys. 19 (1965) 215

21 K.-J. Hanßen, Z. Angew. Phys. 20 (1966) 427

22 H. G. Heide, Z. Angew. Phys. 17 (1964) 73

23 R. D. Heidenreich u. R. W. Hamming, Bell System Tech. J. 44 (1965) 207

24 R. D. Heidenreich, El. Microscopy, Kyoto 1966, Band 1, S.7

25 K.-H. Herrmann u. W. Loebe, El. Microscopy, Prag 1964, Band 1, S.59

26 W. Hoppe, Naturwiss. 48 (1961) 736

27 W. Hoppe, Optik 20 (1963) 599

28 K. Kanaya, H. Kawakatsu u. H. Yamazaki, Brit. J. Appl. Phys. 16 (1965) 991

29 H. König u. G. Helwig, Z. Phys. 129 (1951) 491

30 W. Kunath u. W. D. Riecke, Optik 23 (1965/66) 322

31 R. Langer u. W. Hoppe, Optik 24 (1966/67) 470

32 F. Lenz u. W. Scheffels, Z. Naturforschg. 13a (1958) 226

33 F. Lenz, Z. Phys. 172 (1963) 498

34 F. Lenz, Optik 22 (1965) 270

35 W. Martienssen u. E. Spiller, Naturwiss. 52 (1965) 53

36 E. Menzel, Optik 8 (1951) 295

37 W.E. Meyer, Optik 15 (1958) 398

38 G. Möllenstedt u. Y. Sakaki, Optik 13 (1956) 193

39 G. Möllenstedt, J. Microscopie 4 (1965) 413

40 H. Niehrs, El. Microscopy, Philadelphia 1962, Band 1, AA-2

41 L. Reimer, Z. Naturforschg. 21a (1966) 1489

42 W. D. Riecke, Optik 24 (1966/67) 397

43 E. Ruska, Naturwissenschaftliche Rundschau 17 (1964) 125

44 E. Ruska, Optik 22 (1965) 320

45 O. Scherzer, J. Appl. Phys. 20 (1949) 20

46 F. S. Sjöstrand, Sci. Tools 2 (1955) 25

47 C. A. Taylor, R.M. Hinde u. H. Lipson, Acta Cryst.4 (1951)261

48 F. Thon, Mikroskopie 19 (1964) 26

49 F. Thon, Vortrag auf der European Reg. Conf. on Electron Microscopy, Prag, 28.8.1964

50 F. Thon, Electron Microscopy, Prag 1964, Band 1, S. 127

51 F. Thon, Z. Naturforschg. 20a (1965) 154

52 F. Thon, Vortrag auf der Tagung der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie, Aachen, 27.9.1965; Kurzreferat in: Mikroskopie 21 (1966) 143

53 F. Thon, Z. Naturforschg. 21a (1966) 476

54 F. Thon, Electron Microscopy, Kyoto 1966, Band 1, S. 23

55 F. Thon, Physikertagung 1966, Vorabdrucke der Fachberichte, B. G. Teubner, Stuttgart, S. 101

56 F. Thon, Vortrag auf der Tagung der Deutschen Gesellschaft für Elektronenmikroskopie, Marburg, 19.9.67

57 F. Thon, Phys. Bl. 23 (1967) 450

58 R. Uyeda, J. Phys. Soc. Japan 10 (1955) 265

59 F. Zernike, Z. Phys. 36 (1934) 848

Lebens- und Bildungsgang

Am 1. April 1931 wurde ich in Kriebitzsch in Thüringen geboren. Meine Eltern sind der Elektroingenieur Paul Thon und seine Ehefrau Dora Thon, geb. Oelsner.

Von 1937 bis 1941 besuchte ich die Volksschule in Kriebitzsch, anschließend bis März 1945 die Oberschule in Meuselwitz/Thür. und ab Oktober 1945 die Oberschule 'Ernestinum' (später in 'Karl-Marx-Einheitsschule' umbenannt) in Altenburg/Thür. Dort legte ich am 5.7.1949 die Reifeprüfung ab.

Mit dem Wintersemester 1949/50 begann mein Studium der Physik an der Freien Universität Berlin. Am I.Physikalischen Institut dieser Universität (Leitung: Prof. Dr. H. Lassen) fertigte ich eine Diplomarbeit 'Experimentelle Untersuchungen an einem zur Großdemonstration von Elektroneninterferenzen und Elektronenschattenmikroskopie geeigneten Elektronenbeugungsrohr' an und legte am 1.7.1956 die Diplom-Hauptprüfung ab.

Seit dem 12.9.1956 bin ich in der Entwicklungsabteilung Elektronenmikroskopie der Siemens AG in Berlin-Siemensstadt tätig, seit März 1967 als Leiter des Physik-Laboratoriums.

Die Untersuchungen zu der hier vorgelegten Dissertation wurden im Januar 1964 begonnen. Vom 30.4.1965 an war ich neben meiner beruflichen Tätigkeit für 3 Semester Gasthörer an der Universität Tübingen.